

STIC Translation Branch Request Form for Translation

Phone: 308-0881 Crystal Plaza 1/4, Room 2C15 <http://ptoweb/patents/stic/stic-transhome.htm>

SPE Signature Required for RUSH

Information in shaded areas marked with an * is required

Fill out a separate Request Form for each document

*U. S. Serial No. : 10/076,070

*Requester's Name: Joseph Rodriguez Phone No.: 7/308.8342

Office Location: CpkS - 5-A17 Art Unit/Org. : 3653

Is this for the Board of Patent Appeals? N

Date of Request: 7.7.03

*Date Needed By: 8.7.03

(Please indicate a specific date)

Document Identification (Select One):

Note: If submitting a request for patent translation, it is not necessary to attach a copy of the document with the request. If requesting a non-patent translation, please attach a complete, legible copy of the document to be translated to this form and submit it at your EIC or a STIC Library.

1. ☒ Patent *Document No. 2000-146818
*Country Code JP
*Publication Date 5.2000
*Language JP

No. of Pages _____ (filled by STIC)

Translations Branch
The world of foreign prior art to you

Translations

2. ☐ Article *Author _____
*Language _____
*Country _____

Equivalent
Searching

Foreign
Patents

3. ☐ Other *Type of Document _____
*Country _____
*Language _____

To assist us in providing the most cost effective service, please answer these questions:

- Will you accept an English Language Equivalent? Y (Yes/No)
Would you like to review this document with a translator prior to having a complete written translation? N (Yes/No)
(Translator will call you to set up a mutually convenient time)
Would you like a Human Assisted Machine translation? Y (Yes/No)
Human Assisted Machine translations provided by Derwent/Schreiber is the default for Japanese Patents 1993 onwards with an Average 5-day turnaround.

Copy of HMAT E-mail 7.30.03

STIC USE ONLY

Copy/Search

Processor: _____
Date assigned: _____
Date filled: _____
Equivalent found: (Yes/No) NO Kus

Doc. No.: _____
Country: _____

Translation

Date logged in: 7.8.03
PTO estimated words: _____
Number of pages: 43
In-House Translation Available: _____

In-House

Translator: _____
Assigned: _____
Returned: _____

Contractor:

Name: DW
Priority: S
Sent: 7/9/03
Returned: 7.30.03



PTO 2003-4370

S.T.I.C. Translations Branch



MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):

(19)【発行国】 日本国特許庁 (J P)	(19)[ISSUING COUNTRY] Japan Patent Office (JP)
(12)【公報種別】 公開特許公報 (A)	(12)[GAZETTE CATEGORY] Laid-open Kokai Patent (A)
(11)【公開番号】 特開 2 0 0 0 - 1 4 6 8 1 8 (P 2 0 0 0 - 1 4 6 8 1 8 A)	(11)[KOKAI NUMBER] Unexamined Japanese Patent 2000-146818(P2000-146818A)
(43)【公開日】 平成 1 2 年 5 月 2 6 日 (2 0 0 0 . 5 . 2 6)	(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION] (2000.5.26)
(54)【発明の名称】 微粒子分級方法及び装置	(54)[TITLE of the Invention] Microparticle classification method and apparatus
(51)【国際特許分類第 7 版】 G01N 15/02	(51)[IPC Int. Cl. 7] G01N 15/02
【 F I 】 G01N 15/02 F	[FI] G01N 15/02 F
【審査請求】 未請求	[REQUEST FOR EXAMINATION] No
【請求項の数】 8	[NUMBER OF CLAIMS] 8
【出願形態】 O L	[FORM of APPLICATION] Electronic
【全頁数】 9	[NUMBER OF PAGES] 9

(21) 【出願番号】

特願平 1 0 - 3 1 4 2 9 7

(21)[APPLICATION NUMBER]

Japanese Patent Application (1998-314297)

Heisei 10-314297

(22) 【出願日】

平成 1 0 年 1 1 月 5 日 (1 9 9

8 . 1 1 . 5)

(22)[DATE OF FILING]

(1998.11.5)

(71) 【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

3 9 0 0 1 0 0 2 1

[ID CODE]

390010021

【氏名又は名称】

松下技研株式会社

[NAME OR APPELLATION]

K.K., Matsushita Research Institute

【住所又は居所】

神奈川県川崎市多摩区東三田 3

丁目 1 0 番 1 号

[ADDRESS or DOMICILE]

(72) 【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

吉 田 岳 人

[NAME OR APPELLATION]

Yoshida Gakuto

【住所又は居所】

神奈川県川崎市多摩区東三田 3

丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式

会社内

[ADDRESS or DOMICILE]

(72) 【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
牧 野 俊 晴	Makino Toshiharu

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
-------------------	-----------------------

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
鈴 木 信 靖	Suzuki Nobuyasu

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
-------------------	-----------------------

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
山 田 由 佳	Yamada Yuka

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(74) 【代理人】	(74)[AGENT]
-------------------	--------------------

【識別番号】	[ID CODE]
1 0 0 0 8 2 6 9 2	100082692

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

[NAME OR APPELLATION]

蔵合 正博

Kurago Masahiro

(57)【要約】

(57)[ABSTRACT of the Disclosure]

【課題】

[SUBJECT of the Invention]

減圧下で生成される粒径数 n nm レベルの超微粒子を高精度で分級し、さらに高真空側の堆積室へ搬送することが可能な分級装置を提供すること。

Provide the classifier which can be highly accurate, can classify the ultrafine particle of the particle-size the level of several nm generated under reduced pressure, and can further be conveyed to the deposition chamber by the side of a high vacuum.

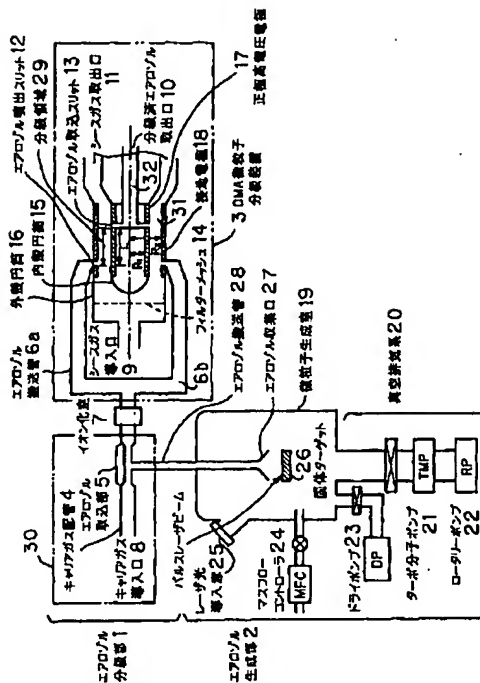
【解決手段】

[PROBLEM to be solved]

微粒子生成室 19 のエアロゾル発生領域からこれを分級装置 3 へ、エアロゾルを差圧を利用して導入するに際し、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧を同等あるいは高く設定する。この構成で、エアロゾル取り込み部 5 のキャリアガス流速を大きくすることにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げ、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することができる。

On the occasion of introducing aerosol for this from the aerosol production range of the microparticle generation chamber 19 to classifier 3 using pressure difference, the total pressure of the aerosol capture section comprised at the classifier side is set up equally or highly compared with the total pressure of an aerosol production range.

With this composition, the static pressure of the capture section is lowered rather than the total pressure of an aerosol production range by enlarging the carrier gas flow rate of the aerosol capture section 5, aerosol can be introduced into the interior of a classifier with a value equivalent or high as a total pressure, from an aerosol production range equivalent or low as a total pressure.



- 1: Aerosol classification section
- 2: Aerosol generation section
- 3: DMA fine-particle classifier
- 4: Carrier gas piping
- 5: Aerosol taking-in section
- 6a: Aerosol conveyance pipe
- 7: Ionization chamber
- 8: Carrier gas inlet
- 9: Sheath gas introduction port
- 10: Classification completed aerosol output port
- 11: Sheath gas output port
- 12: Aerosol ejection slit
- 13: Aerosol taking-in slit
- 14: Filter mesh
- 15: Inner-husk cylinder
- 16: Outer-shell cylinder
- 17: Positive-electrode high-voltage electrode
- 18: Earth electrode
- 19: Fine-particle generation chamber

20: Evacuation -based
21: Turbo-molecular pump
22: Rotary pump
23: Dry pump
24: Mass-flow controller
Pulse laser beam
25: Laser-beam introduction window
26: Solid target
27: Aerosol collection mouth
28: Aerosol conveyance pipe
29: Classification region

【特許請求の範囲】**[CLAIMS]****【請求項 1】**

エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、前記エアロゾル発生領域の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等か或いは高くなるように設定したことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

[CLAIM 1]

A microparticle classification method with respect to the microparticle in aerosol, in which in introducing to a classifier the aerosol produced in the aerosol production range using pressure difference, and classifying a microparticle, compared with the total pressure of said aerosol production range, the total pressure of the aerosol capture section comprised at said classifier side set up so that it might become higher or equal.

【請求項 2】

エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガス

[CLAIM 2]

A microparticle classification method with respect to the microparticle in aerosol, in which in introducing to a classifier the aerosol produced in the aerosol production range using pressure difference, and classifying a microparticle, the aerosol capture section

が流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細いことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

comprised at said classifier side is having piping structure where specific carrier gas flows, and it is more slender than the diameter of piping before and after.

【請求項 3】

エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されることを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

[CLAIM 3]

A microparticle classification method with respect to the microparticle in aerosol, in which in introducing to a classifier the aerosol produced in the aerosol production range using pressure difference, and classifying a microparticle, the medium gas of a different kind from the medium gas source in an aerosol production range is introduced as the carrier gas or sheathing gas inside a classifier.

【請求項 4】

エアロゾル発生領域における媒質ガスの密度よりも高い密度を有する媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されることを特徴とする請求項 3 記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

[CLAIM 4]

A microparticle classification method with respect to the microparticle in aerosol of Claim 3, in which the medium gas which has a density higher than the density of the medium gas in an aerosol production range is introduced as the carrier gas or sheathing gas inside a classifier.

【請求項 5】

エアロゾル発生領域でエアロゾルを発生する段階と、発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用してエアロゾル取り込み部へ導入する段階と、エアロゾル取り込み部へ導入されたエア

[CLAIM 5]

A microparticle classification method with respect to the microparticle in aerosol, which consists of the phase of producing aerosol in an aerosol production range, the phase which introduces the produced aerosol to a classifier to the aerosol capture section using pressure

ロゾルを微粒子分級部へ搬送する段階と、微粒子を分級する段階とから成り、
前記エアロゾルを分級装置へ導入するに際して、前記エアロゾル発生領域の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等か或いは高くなるように設定したことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項 6】

ターゲット体にレーザビームを当ててエアロゾルを生成する手段と、生成されたエアロゾルを差圧を利用してエアロゾル分級手段へ取り込むエアロゾル取り込み手段と、エアロゾルから微粒子を分級する微粒子分級手段と、エアロゾルをエアロゾル取り込み手段から微粒子分級手段へ搬送するエアロゾル搬送手段とから成り、
エアロゾル取り込み手段は、前記エアロゾル発生手段の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み手段の部位の総圧が、同等か或いは高くなるように設定されていることを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

【請求項 7】

difference, the phase of conveying the aerosol introduced to the aerosol capture section to the microparticle classification section, and the phase of classifying a microparticle, on the occasion of introducing said aerosol to a classifier, compared with the total pressure of said aerosol production range, the total pressure of the aerosol capture section comprised at said classifier side set up so that it might become higher or equal.

[CLAIM 6]

A microparticle classifier with respect to the microparticle in aerosol, which consists of means to apply a laser beam to a target object and to generate aerosol, the aerosol reception means which receive the generated aerosol to aerosol classification means using pressure difference, microparticle classification means to classify a microparticle from aerosol, and the aerosol feed drive means which conveys aerosol from aerosol reception means to microparticle classification means, compared with the total pressure of said aerosol production means, aerosol reception means are set up so that the total pressure of the site of the aerosol reception means comprised at said classifier side may become higher or equal.

[CLAIM 7]

エアロゾル取り込み手段は、エアロゾル生成手段とは分岐して延び、且つエアロゾル搬送のためのキャリアガスが流れるキャリアガス配管に接続されており、またエアロゾル取り込み手段の取り込み部位の配管の径は前後のキャリアガス配管の径よりも細く設定されていることを特徴とする請求項 6 記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

A microparticle classifier with respect to the microparticle in aerosol of Claim 6, in which aerosol reception means branch with aerosol generation means, and are stretch, and it connects with carrier gas piping for which the carrier gas for aerosol conveyance flows, moreover, the diameter of piping of the capture site of aerosol reception means is set up more thinly than the diameter of carrier gas piping before and after.

【請求項 8】

微粒子分級手段は、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガスが、微粒子分級手段内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されるシースガス導入配管に接続されていることを特徴とする請求項 6 または 7 記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

[CLAIM 8]

A microparticle classifier with respect to the microparticle in aerosol of Claim 6 or 7, in which microparticle classification means, the medium gas of a different kind from the medium gas source in an aerosol production range is connected to sheathing gas introduction piping introduced as the carrier gas or sheathing gas inside microparticle classification means.

【発明の詳細な説明】**[DETAILED DESCRIPTION of the INVENTION]****【 0 0 0 1 】****[0001]****【発明の属する技術分野】**

本発明は、エアロゾル中の微粒子に対して気相で動作する微粒子分級装置であって、特にエア

[TECHNICAL FIELD of the Invention]

This invention is a microparticle classifier which operates by the gaseous phase to the microparticle in aerosol, comprised such that it

ロゾル中の対象微粒子を荷電させ、さらに静電界を印加することで、粒径に依存した移動度の差を利用して分級する形式の微粒子分級装置に関するものである。

is related with the microparticle classifier of the type classified using the difference of the mobility depending on a particle size by electrically charging the object microparticle in aerosol and further impressing an electrostatic field in particular.

【 0 0 0 2 】

[0002]

【従来の技術】

微粒子分級装置の方式としては従来から種々のタイプのものがあるが、第1の従来例として、電気移動度分級法（Differential Mobility Analyzing: DMA）について述べる。これは、エアロゾル中の微粒子を分級するに際し、対象微粒子を荷電した後に静電界を印加し、微粒子の大きさ（粒径）により媒質ガス中の移動度が違うことを利用して行う分級法である。この技術についての詳細は例えば、ジャーナル・オブ・エアロゾル・サイエンス、第28巻（1997年）、193頁から206頁（J. Aerosol Sci. 28, pp193-206 (1997).）に記載されている。

【PRIOR ART】

As a system of a microparticle classifier, there is conventionally various type thing. However, the electrical-mobility classifying method (Differential Mobility Analyzing: DMA) is described as 1st prior art example. This is the classifying method performed using impressing an electrostatic field on the occasion of classifying the microparticle in aerosol after electrically charging an object microparticle, and the mobility in medium gas changing with sizes (particle size) of a microparticle. The detail about this technique is indicated by Journal of Aerosol Science, Volume 28 (1997), and 193 pages -206 pages (J. AerosolSci.28 and pp193-206 (1997).).

【 0 0 0 3 】

第2の従来例として、微粒子線質量分級法（Particle Beam Mass Spectrometry: PBMS）について述べる。これは対象となる微粒子を封入した微粒子源

[0003]

As 2nd prior art example, the microparticle line mass classifying method (Particle Beam Mass Spectrometry: PBMS) is described. From the source of a microparticle which sealed the microparticle used as object, this changes a

から、高真空中に噴出する過程で微粒子を超音速線（ビーム）化する。次に、この微粒子線に電子線を照射することで荷電させ、同じく高真空中で電界を印加することで、微粒子の質量に応じた分級を行う方式である。この技術についての詳細は例えば、ジャーナル・オブ・エアロゾル・サイエンス、第26巻（1995年）、745頁から756頁（J. Aerosol Sci. 26, pp745-756 (1995).）に記載されている。

microparticle a supersonic line (beam) in the process in which it ejects in a high vacuum.

It is the system which next, performs the classification according to the mass of a microparticle by making this microparticle line electrically charge by irradiating an electron beam, and similarly impressing an electrical field in a high vacuum.

The detail about this technique is indicated by Journal of Aerosol Science, Volume 26 (1995), and 745 pages -756 pages (J.Aerosol Sci.26 and pp745-756 (1995).).

【0004】

[0004]

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記第1の従来例では、元来大気圧のエアロゾルからサンプリングし分級することを前提に開発が始まったこともあり、分級装置内部の動作ガス圧が高く、最近の減圧型DMAでも50-100 Torr以上の動作圧力が必要と考えられる。一方、機能材料化する目的で粒径数nm（ナノメートル）、特に10nm以下の超微粒子を物理的気相中で生成するためには、ガス圧50 Torr以下のできる限り質量の小さい希ガス雰囲気で行うことが望ましい。このように生成された超微

[PROBLEM to be solved by the Invention]

However, in said 1st prior art example, development has started on the assumption that it samples and classifies from the aerosol of atmospheric pressure originally.

It is thought that the gas pressure of operation inside a classifier is high, and the working pressure of 50 to 100 or more Torr is required also of the latest reduce pressured type DMA.

On the other hand, in order to functional-material-ize and to generate a ultrafine particle with a particle size of several nm (nanometer), especially 10 nm or less in a physical gaseous phase, it is desirable to carry out in noble-gas atmosphere where mass is small of 50 Torr or less of gas pressures, as much as possible.

In order to use the ultrafine particle generated in

粒子を、分級・堆積のプロセスを経て、機能材料として用いるためには、分級装置としてはより低圧での動作が可能なDMAが必要となってくる。何故なら、生成領域から分級装置にエアロゾルを流入させるためには、差圧導入を用いることが最も有効だからである。また、DMAの分級精度は、エアロゾル中対象微粒子のブラウン拡散の度合いにより決定されるため、生成領域で必要とされるような軽い希ガスを媒質ガスとして用いることによって、劣化して行く傾向を持つ。

【0005】

次に第2の従来技術によって、粒径数nmの超微粒子を分級するためには、超微粒子を微粒子源からの噴出過程でビーム化するため流体力学的レンズの設計が困難になって来る。また、装置のサイズを常識的な範囲の装置の大きさに留めるかぎりには、分級部真空槽壁面の電氣的接地が0.1ボルト(V)以下の精度になる必要がある。

【0006】

本発明は上記の課題に鑑みなされたものであって、減圧下例えば50 Torr以下で生成される粒径数nmレベルの超微粒子

this way as a functional material passing through the process of classification * deposition, DMA which the operation in low voltage can do as a classifier is needed.

It is because it is most effective to use pressure-difference introduction in order to make a classifier flow in aerosol from a generation range.

Moreover, since the sharpness of classification of DMA is determined by the degree of brown diffusion of the object microparticle in aerosol, it has the inclination to deteriorate, by using a light noble gas which is needed in a generation range as medium gas.

[0005]

Next, by 2nd prior art, in order to classify a ultrafine particle with a particle size of several nm, since a ultrafine particle is beam-ized in the ejection process from the source of a microparticle, design of a hydrodynamic lens becomes difficult.

Moreover, as long as the size of an apparatus is stopped in the size of the apparatus of a commonsense range, the electric ground contact of a classification section vacuum tank-wall surface needs to become the accuracy below 0.1v (V).

[0006]

This invention is made in view of the above-mentioned subject, comprised such that it aims at providing the DMA type classifier which can sample efficiently the ultrafine

を効率よくサンプリングして高精度の分級を行い、さらに高真空側の堆積室へ分級済み超微粒子を搬送することが可能な、DMA型の分級装置を提供することを目的とする。

particle of the particle-size the level of several nm generated, can perform a highly accurate classification by under reduced pressure, for example, 50 Torr or less, and can further convey a classification completed ultrafine particle to the deposition chamber by the side of a high vacuum.

【0007】**[0007]****【課題を解決するための手段】****[MEANS to solve the Problem]**

上記課題を解決するために、本発明のDMA型分級装置は、エアロゾル発生領域からこれを分級装置へ差圧を利用して導入するに際し、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、分級装置にエアロゾルを取り込むためには、取り込み部のキャリアガス流速を大きくすることにより、静圧を下げる必要がある。これにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することができる。

In order to solve the above-mentioned subject, the DMA type classifier of this invention, on the occasion of transducing this from an aerosol production range to a classifier using pressure difference, the total pressure of the aerosol capture section constituted at the classifier side is set up equally or highly compared with the total pressure of an aerosol production range.

With this composition, in order to receive aerosol to a classifier, it is necessary to lower a static pressure by enlarging the carrier gas flow rate of the capture section.

Thereby, if the static pressure of the capture section can be lowered from the total pressure of an aerosol production range, aerosol can be transduced into the interior of a classifier with a value equivalent or high as a total pressure from an aerosol production range equivalent or low as a total pressure.

【0008】**[0008]**

また、本発明のDMA型分級装

Moreover, the DMA type classifier of this

置は、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細く設定されているため、エアロゾル取り込み部における局所的キャリアガスの流速が高まる構造となっている。これにより、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

【 0 0 0 9 】

さらに、本発明のDMA型分級装置は、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種より質量の大きい媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとっている。これにより、さらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることで、ひいてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。それと同時に、DMA型分級装置内における媒質ガス（キャリアガスもしくはシースガス）の質量が重いことは、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散を抑制するので結果として分級精度が上がることもなる。

invention, the aerosol capture section constituted at the classifier side is having piping structure where specific carrier gas flows, and since it is set up more thinly than the diameter of piping before and after, it has the structure where the flow rate of the local carrier gas in the aerosol capture section increases.

Thereby, it makes it possible to lower more effectively the static pressure of the classifier side aerosol capture section.

[0009]

Furthermore, the DMA type classifier of this invention takes the composition into which the medium gas of a different kind from the medium gas source in an aerosol production range and medium gas with larger mass than the medium gas source especially in an aerosol production range are transduced as the carrier gas or sheathing gas inside a classifier.

This will further lower the static pressure of the aerosol capture section of a classifier effectively, as a result, aerosol can be more efficiently received to a classifier.

Simultaneously with it, that the mass of the medium gas in a DMA type classifier (carrier gas or sheathing gas) is heavy suppresses brown diffusion of the object ultrafine particle in a classification range.

Therefore, a sharpness of classification also becomes goes up as a result.

【 0 0 1 0 】

[0010]

【発明の実施の形態】

本発明の請求項 1 に記載の発明は、エアロゾル発生領域からエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入する方式の DMA 微粒分級方法において、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、分級装置にエアロゾルを取り込むために、取り込み部にキャリアガスを大きな流速で流す構造とすることにより、取り込み部の静圧を下げている。これにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することが可能となる。

【 0 0 1 1 】

ここで、請求項 2 に記載のように、分級手段側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れるようになっており、かつエアロゾル取り込み部位の径は、その前後の配管の径よりも細く設定されてい

[EMBODIMENT of the Invention]

Invention of Claim 1 of this invention, in the DMA microparticle classification method of the system which transduces aerosol from an aerosol production range to a classifier using pressure difference, compared with the total pressure of an aerosol production range, the total pressure of the aerosol capture section comprised at the classifier side is set up equally or highly.

With this composition, in order to receive aerosol to a classifier, the static pressure of the capture section is lowered by considering as the structure of passing carrier gas by the major flow rate in the capture section.

If the static pressure of the capture section can be lowered from the total pressure of an aerosol production range by this, aerosol can be transduced into the interior of the classifier which has a value equivalent or high as a total pressure from an aerosol production range equivalent or low as a total pressure.

[0011]

Here like Claim 2, carrier gas with the specific aerosol capture section comprised at the classification means side flows, and since the diameter of an aerosol capture site is set up more thinly than the diameter of piping before and behind that, it has the structure where the flow rate of the local carrier gas in the aerosol

るため、エアロゾル取り込み部における局所的キャリアガスの流速が高まる構造となっている。これにより、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

【 0 0 1 2 】

さらに、請求項 3、4 に記載のように、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種より質量の大きい媒質ガスが、分級手段内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとっている。これにより、さらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることとなり、延いてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。同時に、DMA 微粒子分級装置内における媒質ガス（キャリアガスもしくはシースガス）の質量が重いために、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散による空間的散逸を抑制するので、結果として分級精度が上がることも繋がる。

【 0 0 1 3 】

（実施の形態）次に、本発明における実施の形態について説明をする。図 1 に、本実施の形態

capture section increases.

Thereby, it makes it possible to lower more effectively the static pressure of the classifier side aerosol capture section.

[0012]

Furthermore, the medium gas of a different kind from the medium gas source in an aerosol production range and medium gas with larger mass than the medium gas source especially in an aerosol production range take the composition transduced as the carrier gas or sheathing gas inside classification means like Claim 3, 4.

This further lowers the static pressure of the aerosol capture section of a classifier effectively, as a result, aerosol can be more efficiently received to a classifier.

Simultaneously, since the mass of the medium gas in a DMA microparticle classifier (carrier gas or sheathing gas) is heavy, the spatial dissipation by brown diffusion of the object ultrafine particle in a classification range is suppressed.

Therefore, it leads also to a sharpness of classification going up as a result.

[0013]

(Embodiment)

Next, Embodiment in this invention is demonstrated.

における微粒子分級装置の断面模式図を示す。図 1 は大きく分類して、エアロゾル中の微粒子を分級するエアロゾル分級部 1 と、微粒子を含むエアロゾルを生成（発生）するエアロゾル生成部 2 により構成されている。さらに、エアロゾル分級部 1 は 2 重円筒微分形 DMA 微粒子分級装置本体 3、エアロゾル取込部 5、エアロゾル搬送管 6 などから構成されている。

【 0 0 1 4 】

エアロゾル生成部 2 は微粒子生成室 19 とその真空排気系 20 などから構成されている。エアロゾル生成部 2 は、微粒子を含むエアロゾルを生成するための本体となる微粒子生成室 19 と、微粒子生成室 19 に設けられ微粒子生成室 20 内に設置された固体ターゲット 26 に向けてパルスレーザビームを導入する導入窓 25 と、固体ターゲット 26 から放出されたエアロゾルをエアロゾル分級部 2 へ送給する第 1 のエアロゾル搬送管 28 とから構成され、第 1 のエアロゾル搬送管 28 の一端は微粒子分級生成室 19 内の固体ターゲット 26 設置部分まで延びてこの先端にエアロゾルを収集するエアロゾル収集口 27 が設けられている。微粒子生成室 19

In FIG. 1, the cross-sectional model of the microparticle classifier in this Embodiment is shown.

FIG. 1 is roughly categorized, it comprises the aerosol classification section 1 which classifies the microparticle in aerosol, and the aerosol generation section 2 which generates the aerosol containing a microparticle (production). Furthermore, the aerosol classification section 1 consists of double cylindrical differential type DMA microparticle classifier main-body 3, aerosol taking-in section 5, and aerosol conveyance pipe 6 etc.

[0014]

The aerosol generation section 2 consists of microparticle generation chamber 19, and its evacuation group 20 etc.

The aerosol generation section 2 consists of a microparticle generation chamber 19 used as the main body for generating the aerosol containing a microparticle, an introductory window 25 which transduces a pulse-laser beam towards the solid target 26 which was prepared in the microparticle generation chamber 19 and installed in the microparticle generation chamber 20, and 1st aerosol conveyance pipe 28 which supplies the aerosol discharged from the solid target 26 to the aerosol classification section 2, the one end of 1st aerosol conveyance pipe 28 is prolonged to the solid target 26 installation part in the microparticle classification generation chamber 19, and the aerosol collection mouth 27 which collects aerosol is formed at this front end.

The turbo molecular pump 21 and the rotary

には、真空排気系 20 としてターボ分子ポンプ 21 と、ロータリーポンプ 22 とが接続されている。また微粒子生成室 19 には、この微粒子生成室の内部を乾燥させるためのトライポンプ 23 が接続されるとともに、マスフローコントローラ 24 が接続されている。

pump 22 are connected to the microparticle generation chamber 19 as evacuation -based 20.

Moreover, while the try pump 23 for drying the interior of this microparticle generation chamber is connected, the mass-flow controller 24 is connected to the microparticle generation chamber 19.

【0015】

エアロゾル分級部 1 は大きく分けて微粒子生成部 2 において生成されたエアロゾルを取り込むエアロゾル取込み装置 30 と、取り込まれたエアロゾルから微粒子を分級する微粒子分級装置 3 とから構成されている。

[0015]

The aerosol classification section 1 comprises an aerosol-reception apparatus 30 which receives the aerosol which roughly divided and was generated in the microparticle generation section 2, and a microparticle classifier 3 which classifies a microparticle from the received aerosol.

【0016】

エアロゾル取込み装置 30 は、上記第 1 のエアロゾル搬送管 28 の他端に連結されエアロゾル生成室 19 から送給されたエアロゾルを取り込むエアロゾル取込部 5 と、一端がエアロゾル取込部 5 に接続されたキャリアガス配管 4 と、キャリアガス配管 4 とは反対側において一端がエアロゾル取込部 5 に接続されエアロゾル取込部 5 に取り込まれたエアロゾルを微粒子分級装置 3 へ向けて送給する第 2 のエアロゾル搬送管 6 とから構成されている。このエアロゾル取込み装置 30 は図 2 に拡大して示す

[0016]

Aerosol reception apparatus 30, it consists of the aerosol taking-in section 5 which receives the aerosol which was connected with the other end of said 1st aerosol conveyance pipe 28, and it supplied from the aerosol generation chamber 19, carrier gas piping 4 for which the one end was connected to the aerosol taking-in section 5, 2nd aerosol conveyance pipes 6 which turn to the microparticle classifier 3 the aerosol which the one end was connected to the aerosol taking-in section 5 in the reverse side, and was received by the aerosol taking-in section 5, and supply it in the carrier gas piping 4.

As for this aerosol reception apparatus 30, as shown enlarging in FIG. 2, each part of the

ように、エアロゾル取込部 5、キャリアガス配管 4、第 2 のエアロゾル搬送管 6 の部分がいずれも管状体から構成されており、キャリアガス配管 4 およびエアロゾル搬送管 6 の直径に比べてエアロゾル取込部 5 の直径が小さな寸法に設定されている。また、キャリアガス配管 4 の他端にはキャリアガス導入口 8 が設けられ、このキャリアガス導入口 8 からはキャリアガスがエアロゾル取込部 5 の方へ向けて送り込まれる。キャリアガスはエアロゾル取込部 5 に取り込まれたエアロゾルを微粒子分級装置 3 へ向けて搬送する役割を持つ。なお、エアロゾル取込み装置 30 と微粒子分級装置 3 との間にはエアロゾルをイオン化するイオン化室 7 が設けられている。

【0017】

この実施の形態において、微粒子分級装置 3 には DMA 微粒子分級装置が採用されている。この微粒子分級装置 3 は、装置本体となる筒状の外殻円筒 16 と、外殻円筒 16 の内部に配置された内殻円筒 15 と、先に述べた第 2 のエアロゾル搬送管 6 とから構成されている。外殻円筒 16 は、基端部（後端部：エアロゾルの流れる方向先方を前方或いは先方とし、逆方向を後

aerosol incorporation section 5, the carrier gas piping 4, and 2nd aerosol conveyance pipe 6 consists of tubular-shape objects, compared with the diameter of the carrier gas piping 4 and the aerosol conveyance pipe 6, the diameter of the aerosol taking-in section 5 is set as the small dimension.

Moreover, the carrier gas inlet 8 is formed in the other end of the carrier gas piping 4, from this carrier gas inlet 8, carrier gas is fed towards the direction of the aerosol taking-in section 5.

Carrier gas has the role which turns to the microparticle classifier 3 the aerosol received by the aerosol taking-in section 5, and conveys it.

In addition, the ionization chamber 7 which ionizes aerosol is formed between the aerosol reception apparatus 30 and the microparticle classifier 3.

[0017]

In this Embodiment, the DMA microparticle classifier is adopted as the microparticle classifier 3.

This microparticle classifier 3 consists of a cylindrical outer-covering cylinder 16 used as an apparatus main body, an inner-husk cylinder 15 arranged inside the outer-covering cylinder 16, and 2nd aerosol conveyance pipe 6 described previously.

The outer-covering cylinder 16 consists of the cylindrical body by which the base_end_part (rear terminal part: make into the front or the

方とする) および先端部が開放された筒状体から成り、基端部には外殻円筒 16 から段差状に縮径したシースガス導入口 9 が設けられている。また、外殻円筒 16 の長手方向中間部の内部には、当該外殻円筒 16 と内殻円筒 15 との間に出来た隙間により通路 31 が形成され、この通路 31 の先方にはシースガス取出口 11 が設けられている。さらに、外殻円筒 16 の長手方向中間部の側面の複数箇所には、当該外殻円筒 16 の内外を連通する微細な隙間により成るエアロゾル噴出スリット 12 が形成されている。

【0018】

内殻円筒 15 は外殻円筒 16 よりも小さな径を持つ筒状体から成り、その後端部は密閉される一方、先端部は開放されたキャップ構造を有している。また、内殻円筒 15 の先端寄り部分の側面の複数箇所には、通路 31 と内殻円筒 15 の内部とを連通する微細な隙間により成るエアロゾル取込スリット 13 が形成されている。さらに、内殻円筒 15 は、その先端部分において上記エアロゾル取込スリット 13 部分から先方へ延びるエアロ

head the head of the direction where aerosol flows, and let a reverse direction be back), and the leading end part were opened wide, the sheathing gas introduction port 9 which reduced in the shape of a step difference from the outer-covering cylinder 16 is formed in the base_end_part.

Moreover, in the interior of the intermediate part of the longitudinal direction of the outer-covering cylinder 16.

Path 31 is formed of the gap made between the outer-covering cylinder 16 and the inner-husk cylinder 15, sheathing gas output port 11 is formed in the head of this path 31.

Furthermore, the aerosol ejection slit 12 which forms by the detailed gap which connects the inside and outside of the outer-covering cylinder 16 is formed in two or more places of the side face of the longitudinal-direction intermediate part of the outer-covering cylinder 16.

[0018]

The inner-husk cylinder 15 consists of the cylindrical body which is caused outer-covering cylindrical 16 and has a small path, while the rear terminal part is sealed, the leading end part has the cap structure opened wide.

Moreover, the aerosol taking-in slit 13 which forms by the detailed gap which connects path 31 and the interior of the inner-husk cylinder 15 is formed in two or more places of the side face of the front-end slippage part of the inner-husk cylinder 15.

Furthermore, the inner-husk cylinder 15 is connected to the aerosol extraction pipe 32 prolonged from the aerosol taking-in slit 13

ゾル取出管 32 に接続され、このエアロゾル取出管 32 の先端には分級済のエアロゾルが取り出されるエアロゾル取出口 10 が形成されている。

above-mentioned part to the other side in the end part, the aerosol output port 10 from which classification settled aerosol is taken out is formed at the front end of this aerosol extraction pipe 32.

【0019】

第 2 のエアロゾル搬送管 6 は、微粒子分級装置 3 部分においては、分岐して複数 (図 1 では 2 つ) の分岐管 6a、6b になり、両分岐管 6a、6b の先端は外殻円筒 16 の側面に形成されたエアロゾル噴出スリット 12 に外側から接続されている。

[0019]

In microparticle classifier 3 part, 2nd aerosol conveyance pipe 6 is branched and turns into the branch pipes 6a and 6b of plurality (FIG. 1 two), the front end of both the branch pipes 6a and 6b is connected to the aerosol ejection slit 12 formed in the side face of the outer-covering cylinder 16 from the outer side.

【0020】

本実施の形態では、シリコン (Si) やゲルマニウム (Ge) など高純度半導体の固体ターゲット 26 に、パルスレーザビームを集光照射することで、固体ターゲット 26 の表面からアブレート (脱離・射出) されたイオン・原子・クラスタを、ヘリウム (He) などの希ガスが充満した物理的気相中で再凝縮させることで微粒子化させる。このとき、生成される微粒子の粒径分布は、ターゲット材料種、パルスレーザビームの照射条件 (波長、パルス幅、エネルギー密度)、希ガス圧力、ターゲットからの距離・方向などによって変化する。粒径分布に最も大きな影響を与えるのは、希ガス圧

[0020]

In this Embodiment, the ion * atom * cluster ablated from the surface of the solid target 26 by carrying out condensing irradiation of the pulse-laser beam at the solid target 26 of high-purity semiconductors, such as silicone (Si) and germanium (Ge), (desorption * emission) is atomized by making it re-condense in the physical gaseous phase impregnated with noble gases, such as helium (He).

The particle size distribution of the microparticle generated varies with a target material source, the irradiation conditions (wavelength, a pulse width, energy density) of a pulse-laser beam, a rare gas pressure, distance from a target * the directions, etc. at this time.

A rare gas pressure has most major influence on particle size distribution.

When Si is used as a semiconductor solid material and He is used as a noble gas, the

力である。半導体固体材料としてSi、希ガスとしてHeを用いた場合、概ねガス圧が、3-20 Torrで、粒径が数nmから数10nm、最大でも50nmの、いわゆるナノ微粒子が形成される。

【0021】

さらに具体的に本実施の形態におけるナノ微粒子の生成方法について述べる。微粒子生成室19は、表面露出原子数の大きいナノ微粒子（粒径5nmでは約40%が表面露出原子となる）が酸化や不純物汚染に極めて敏感であることから、超高真空対応に電界研磨を施されたSUS304合金を用いて構成されている。接続される各バルブ・フランジも200℃バークが可能な超高真空対応品を使用している。この微粒子生成室19を、ターボ分子ポンプ21を主ポンプ、ロータリーポンプ22をバックアップポンプとして排気することにより、到達真空度として、 10^{-10} Torr台を達成している。ナノ微粒子生成時には、マスフローコントローラ24を介して高純度半導体プロセス用Heガス（純度99.9999%以上）を200 sccmの一定流量で導入する。マスフローコントローラ24及び高純度半導体プロセス用Heガス導入

several nm to 10 nm in a particle size, even maximum 50 nm so-called nano microparticle is formed in general by 3-20 Torr a gas pressure.

[0021]

The generation method of the nano microparticle in this Embodiment is further described concretely.

Since the large nano microparticle (about 40 % becomes a surface exposure atom in the particle size of 5 nm) of a surface exposure atomic number of the microparticle generation chamber 19 is very sensitive to oxidation or an impurity contamination, it is constituted by ultra-high-vacuum correspondence using the SUS304 alloy to which the electrical-field sanding was given.

The elegance corresponding to a ultra-high vacuum to which 200-degree-C baking is made also as for each valve * flange connected is used.

This microparticle generation chamber 19, by exhausting a main process pump and a rotary pump 22 for a turbo-molecular pump 21 as a backing pump, the 10^{-10} Torr base is attained as an attainment degree of vacuum.

At the time of nano microparticle generation, He gas for high-purity semiconductor processes (purity of 99.9999 % or more) is introduced with the constant flow of 200 sccm through the mass-flow controller 24.

The mass-flow controller 24 and He gas

配管系はEPグレードの高純度対応品を使用している。この場合は、ターボ分子ポンプ21ではなく、ドライポンプ23により差動排気することにより、一定のHe雰囲気圧10.0 Torrを保っている。

transduction pipe line for high-purity semiconductor processes are using the elegance corresponding to a high purity of EP grade.

In this case, fixed He atmosphere pressure 10.0 Torr is maintained the differential exhaust not with the turbo molecular pump 21 but with the dry pump 23.

【0022】

上述の減圧He雰囲気において、微粒子生成室19に設置され、8rpm（回転／分）の角速度で自転している固体ターゲット26に、パルスレーザビームを石英製のレーザ光導入窓25を通して集光照射することで、固体ターゲット26の表面においてアブレーションを起こす。ここで、固体ターゲット26としては高純度Si単結晶基板（面方位（100）、比抵抗 $10\Omega\cdot\text{cm}$ ）を使用した。パルスレーザビームの集光照射としては、QスイッチNd:YAGレーザの第2高調波（波長：532nm、パルスエネルギー：10mJ、パルス幅：40ns、繰り返し周波数：10Hz）を、固体ターゲット26の表面上で $10\text{J}/\text{cm}^2$ のエネルギー密度になるよう集光照射している。

[0022]

In the above-mentioned pressure-reduction He atmosphere, it installs in the microparticle generation chamber 19, at the solid target 26 which autorotates with the angular velocity of 8 rpm (rev/min.), an ablation is caused in the surface of the solid target 26 by carrying out condensing irradiation of the pulse-laser beam through the laser-beam transduction window 25 made from quartz.

Here, as a solid target 26, the high-purity Si single-crystal base plate (surface-orientation (100), specific-resistance $10(\text{OMEGA})\cdot\text{cm}$) was used.

As condensing irradiation of a pulse-laser beam, condensing irradiation of the 2nd harmonic (wavelength: 532 nm, pulse-energy:10mJ, pulse-width:40ns, repeating frequency:10Hz) of Q-switch Nd:YAG laser is carried out so that it may become $10\text{J}/\text{cm}^2$ energy density on the surface of the solid target 26.

【0023】

固体ターゲット26の表面から

[0023]

Si source (ion * atom * cluster) which it ablated

アブレート（脱離・射出）されたSi種（イオン・原子・クラスター）は、雰囲気Heの原子と衝突を繰り返すことにより当初の射出運動エネルギーを雰囲気Heガスへ散逸しつつ、Si種どうしの会合が促進されることで、物理的気相中での凝縮すなわちナノ微粒子生成が起こる。このとき、生成されるナノ微粒子の粒径分布は、ターゲット材料種、パルスレーザビームの照射条件（波長、パルス幅、エネルギー密度）、ターゲットからの距離・方向、雰囲気希ガス圧力などによって変化する。

【0024】

粒径分布に最も大きな影響を与えるのは雰囲気希ガス圧力である。これがある閾値を下回ると急激に気相でのナノ微粒子生成はなされにくくなり、射出Si種の大半は堆積基板上で非晶質Si薄膜として凝縮するようになる。この閾値は、材料としてSiとHeを用い、レーザとしてパルス幅が数から数十nsのQスイッチレーザを用いた場合、3-5 Torr付近にある。また、雰囲気希ガス圧力がこの閾値を超えて高くなり過ぎると、ナノ微粒子どうしの凝集が急激に発生し出し、見かけ上20nm以上の微粒子が生成されたり、さらにこれらがブドウの

from the surface of the solid target 26 (desorption * emission) dissipating the original emission kinetic energy to atmosphere He gas by repeating the impact with the atom of Atmosphere He, it is that association of Si sources is promoted and takes place, the condensation, i.e., the nano microparticle generation, in a physical gaseous phase.

At this time, the particle size distribution of the nano microparticle generated varies with a target material source, the irradiation conditions (wavelength, a pulse width, energy density) of a pulse-laser beam, distance from a target * the direction and atmosphere noble-gas pressure, etc.

[0024]

An atmosphere noble-gas pressure has most major influence on particle size distribution.

If less than a threshold-value with this, the nano microparticle generation by the gaseous phase will no longer be made rapidly, it comes to condense most emission Si sources as an amorphous Si thin film on the deposition base plate.

This threshold-value is in 3 to 5 Torr in the vicinity

In the case using the Q switched laser of several to several 10ns pulse width as a laser, using Si and He as a material.

Moreover, if an atmosphere noble-gas pressure becomes higher too much exceeding this threshold-value, aggregation of nano microparticles will begin to produce rapidly,

房状に凝集したものが多数見受けられるようになる。これは、射出S i種の雰囲気希ガスによる閉じ込め効果（プルームの閉じ込め効果）が顕著になることで射出S i種の空間密度が上がり過ぎるためである。

【0025】

そこで、本実施の形態では、ナノ微粒子生成が起こる上でなるべく低い雰囲気He圧力として、10.0 Torrを設定した。また、固体ターゲット26表面からの距離が長くなるにつれても微粒子の成長が促進される傾向がある。したがって、本実施の形態では、固体ターゲット26表面の鉛直上3.0 cmにエアロゾル収集口27を設け、気相で生成したナノ微粒子を雰囲気Heガスとともにエアロゾルとして引き出すことにより、運動エネルギーを散逸させて気相に滞留することで不要な凝集による大粒化を抑制している。ここで収集されたSiナノ微粒子を含有しHeガスを媒質ガスとするエアロゾルは、エアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル分級部1のエアロゾル取込部5に流入する。

【0026】

apparent 20 nm or more of a microparticle is generated.

Many things which these aggregated in the shape of grape fringe can further see now.

This is for the space density of an emission Si source to go up by the lock-in effect (the lock-in effect of a plume) by the atmosphere noble gas of an emission Si source becoming remarkable too much.

[0025]

So, in this Embodiment, 10.0 Torr was set up as atmosphere He pressure low as possible when nano microparticle generation takes place.

Moreover, even if the distance from the solid target 26 surface takes for getting long, there is an inclination for the growth of a microparticle to be promoted.

Therefore, in this Embodiment, the aerosol collection mouth 27 is formed in 3.0 cm on the perpendicularity of the solid target 26 surface, and the nano microparticle generated by the gaseous phase is drawn out as aerosol with atmosphere He gas.

Large drop-ization by unnecessary aggregation is suppressed by making a kinetic energy dissipate and piling up in a gaseous phase by that cause.

The aerosol which contains Si nano microparticle collected here and makes He gas medium gas passes along the aerosol conveyance pipe 28, and flows in it in the aerosol taking-in section 5 of the aerosol classification section 1.

[0026]

本実施の形態のDMA微粒子分級装置3では、エアロゾル生成部2の総圧に比較して、エアロゾル分級部1側に構成されたエアロゾル取込部5の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、DMA微粒子分級装置3にエアロゾルを取り込むために、エアロゾル取込部5にキャリアガスを大きな流速で流す構造とすることにより、エアロゾル取込部5の静圧を下げている。これにより、エアロゾル取込部5の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつDMA微粒子分級装置3内部に、エアロゾルを導入することが可能となる。

【0027】

上述の構成によって、Siナノ微粒子とHe媒質ガスからなるエアロゾルが、エアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル分級部1のエアロゾル取込部5に流入する機構を、エアロゾル取込部5周辺の拡大図(図2)を用いて若干詳しく説明する。

【0028】

対象エアロゾルがエアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル

In the DMA microparticle classifier 3 of this Embodiment, the total pressure of the aerosol taking-in section 5 constituted at the aerosol classification section 1 side is set up equally or highly compared with the total pressure of the aerosol generation section 2.

With this composition, in order to receive aerosol to the DMA microparticle classifier 3, the static pressure of the aerosol taking-in section 5 is lowered by considering as the structure of passing carrier gas by the major flow rate in the aerosol taking-in section 5.

Thereby, if the static pressure of the aerosol taking-in section 5 can be lowered than the total pressure of an aerosol production range, as a total pressure, aerosol can be introduced into the DMA microparticle classifier 3 interior which is equivalent or has a high value from an aerosol production range equivalent or low as a total pressure.

[0027]

Above-mentioned composition demonstrates a little the mechanism in which the aerosol which is made of a Si nano microparticle and He medium gas passes along the aerosol conveyance pipe 28, and flows in the aerosol taking-in section 5 of the aerosol classification section 1, in detail using the expanded view (FIG. 2) of aerosol taking-in section 5 periphery.

[0028]

In order to design conditions so that object aerosol may pass along the aerosol

分級部 1 のエアロゾル取込部 5 に導入されるよう緒条件を設計するためには、総圧 (p_{op} とする) なる微粒子生成室 19 及びエアロゾル搬送管 28 から、静圧 (p_t とする) なるエアロゾル取込部 5 への流入状況を流体力学的に解析する必要がある。図 2 に示すように、微粒子生成室 19 の内部における実質的流速は無視でき、エアロゾル取込部 5 内部では、流速 (q_t とする) の層流があるとしている。ここで一般に、媒質の静圧 p 、総圧 p_o 、密度 ρ 、流速 q の間には流体力学のベルヌーイの定理から、次の第 (1) 式で表わされる関係が成り立っている。

【数 1】

$$P + \frac{\rho q^2}{2} = P_o.$$

．．．．(1)

【0029】

以降、添え字「p」が微粒子生成室 19 の内部を、添え字「t」がエアロゾル取込部 5 の内部を示すものとする。これに気体分子運動論的解析を加味することにより、エアロゾル搬送管 28 か

conveyance pipe 28 and may be introduced into the aerosol taking-in section 5 of the aerosol classification section 1, it is necessary to analyze hydrodynamically the inflow situation from the microparticle generation chamber 19 made into total-pressure (p_{op} , and the aerosol conveyance pipe 28 to the aerosol taking-in section 5 made into static-pressure (p_t).

As shown in FIG. 2, the essential flow rate in the interior of the microparticle generation chamber 19 can be disregarded, and supposes that there is a laminar flow made into flow-rate (q_t in the aerosol taking-in section 5 interior.

Generally between the static pressure p of a medium, total-pressure p_o , a density (ρ), and the flow velocity q , the relationship expressed with the following first formula consists of the theorem of Bernoulli of hydrodynamics here.

[EQUATION 1]

****(1).

[0029]

Henceforth, a subscript "p" shall show the interior of the microparticle generation chamber 19, and a subscript "t" shall show the interior of the aerosol taking-in section 5.

By seasoning this with a kinetic-theory-of-gases-analysis, a square of

らエアロゾル取込部 5 への流入速度 q_p の 2 乗を、次の第 (2) 式で表現することができる。

inflow speed q_p from the aerosol conveyance pipe 28 to the aerosol taking-in section 5 can be expressed by the following second formula.

【数 2】

[EQUATION 2]

$$q_p^2 = \frac{2\gamma}{\gamma-1} \frac{P_{op}}{P_p} \left\{ 1 - \left(\frac{P_{ot} - \frac{P_t q_t^2}{2}}{P_{op}} \right)^{(\gamma-1)/\gamma} \right\}$$

..... (2)

****(2).

【0030】

ここで γ は媒質ガスの比熱比で気体分子の構造によって決まるものである。Ar (アルゴン) や He などの希ガス (単原子気体) では、気体の種類によらず 1.667 である。本実施の形態では、キャリアガスとして、総圧 25 Torr の Ar を、微粒子生成室 19 側のエアロゾル媒質ガスとして、総圧 10 Torr の He を採用している。この設定においては、エアロゾル取込部 5 での流速 q_t が、260 m/s に到達すると、エアロゾル搬送管 28 からエアロゾル取込部 5 への流入が可能となる。また、エアロゾル取込部 5 での流速 q_t には上限があつて、その値は 336 m/s である。また、

[0030]

(gamma) is decided by the ratio of specific heat of medium gas according to the structure of a gas molecule here.

In noble gases (monoatomic gas), such as Ar (argon) and He, it is not based on a gaseous kind but is 1.667.

In this Embodiment, Ar of 25 Torr of total pressures is adopted as carrier gas, as aerosol medium gas by the side of the microparticle generation chamber 19, He of 10 Torr of total pressures is adopted.

In this setup, if flow-rate q_t in the aerosol taking-in section 5 reaches 260 m/s, the inflow to the aerosol taking-in section 5 from the aerosol conveyance pipe 28 can be performed. Moreover, there is an upper limit in flow-rate q_t in the aerosol taking-in section 5.

The value is 336 m/s.

Moreover, there is an upper limit also in inflow

エアロゾル搬送管 28 からエア
 ロゾル取込部 5 への流入流速 q_t
 p_t にも上限があつて、その値は
 1680 m/s である。なお上
 記 2 種類の流速上限値は圧力設
 定にはよらず、気体種類（分子
 量、分子構造）と温度のみによ
 り決まるもので、正しく音速で
 ある。

flow-rate q_p from the aerosol conveyance pipe
 28 to the aerosol taking-in section 5.

The value is 1680 m/s .

In addition, the flow-rate upper limit of said 2
 kind is not based on a pressure setup, but is
 decided only by the gas kind (molecular weight,
 molecular structure) and temperature.

It is acoustic velocity surely.

【0031】

さらに、(数 2) から特に、エア
 ロゾル取込部 5 での流速 q_t を
 上げることににより p_t が下がり、
 効果的にエアロゾルの取り込み
 を促進できることが判明するそ
 の他の各設定パラメータ： ρ_t ,
 p_{ot} , ρ_p , p_{op} が、流入流速 q
 p に及ぼす効果を導くことがで
 きる。その結果を (表 1) にま
 とめておく。

[0031]

Furthermore, other each setting parameter it is
 proved that it is that p_t falls and the capture of
 aerosol can be effectively promoted by raising
 flow-velocity q_t in the aerosol taking-in section
 5 in particular from (Equation 2) :

(ρ)_t, p_{ot} , (ρ)_p, and p_{op}

The effect exerted on inflow flow-velocity q_p
 can be drawn.

The result is summarized in (Table 1).

【表 1】

[TABLE 1]

キャリアガス流速 q_t	q_t^2
キャリアガス密度 ρ_t	ρ_t
キャリアガス総圧 p_{ot}	p_{ot}
エアロゾル媒質ガス密度 ρ_p	ρ_p^{-1}
エアロゾル媒質ガス総圧 p_{op}	p_{op}

The carrier gas flow velocity

Carrier gas density

Carrier gas total pressure

Aerosol medium gas density

Aerosol medium gas total pressure

【 0 0 3 2 】

本実施の形態では、キャリアガス A_r の流量を 2.0 l/min (標準状態) と設定している。エアロゾルの取り込みにおいては、前述のようにこの流量が多いほど有利であるが、後述するように、あまり上げてしまうとシースガスとの比率が上がることで、分級分解能が低下してしまうからである。エアロゾル取込部 5 において、この流量 (2.0 l/min) を先の流速 q_t 上限速度 336 m/s の 80% で達成するように設定すると、エアロゾル取込部 5 の径は、 2.5 mm とすべきことが導かれる。キャリアガス配管 4 としては、クリーン度が高い EP 管の入手し易さと、配管全体のコンダクタンス確保の必要性から、内径 4.3 mm の $1/4$ インチ配管を使用しているため、エアロゾル取込部 5 では図 2 に示すようにくびれ構造をとっている。ここで、エアロゾル取込部 5 でのキャリアガス流速 q_t を上限速度 336 m/s の 80% と設定すると、エアロゾル搬送管 28 からエアロゾル取込部 5 への境界領域での流入流速 q_p は、 338 m/s となり実用上十分な値が確保される。

[0032]

In this Embodiment, the rate of flow of carrier gas A_r is set up with 2.0 l/min (standard condition).

In the capture of aerosol, it is so advantageous that there are many these rate of flows as mentioned above.

However, it is because classification degradation ability will fall because a ratio with sheathing gas increases if it raises not much so that it may mention later.

In the aerosol taking-in section 5, if it sets up so that this rate of flow (2.0 l/min) may be attained at 80% with a previous flow-velocity q_t upper limit speed of 336 m/s , what the diameter of the aerosol taking-in section 5 should consider as 2.5 mm will be drawn.

As carrier gas piping 4, since $1/4$ inch piping of internal diameter 4.3 mm are used from the ease of acquiring of EP pipe with the high degree of cleanness, and the necessity for conductance ensuring of the whole piping, as shown in FIG. 2 in the aerosol taking-in section 5, necking structure has been taken.

Here, if carrier gas flow-velocity q_t in the aerosol taking-in section 5 is set up with 80% with an upper limit speed of 336 m/s , inflow flow-velocity q_p in the limit range from the aerosol conveyance pipe 28 to the aerosol taking-in section 5 will become 338 m/s , and it will ensure practically sufficient value.

【0033】

上述の機構で、エアロゾル分級部1のうちエアロゾル取込部5に導入されたエアロゾルは、生成当初はSiナノ微粒子とHe媒質ガスから構成されていたが、キャリアガス導入口8から導入されるキャリアガスであるアルゴン(Ar)と混合されるため、媒質ガスがAr+Heの混合ガスであるエアロゾルとなって、DMA微粒子分級装置本体3に向かって搬送され始める。次に、イオン化室7を通過する際に内部に設置された放射性同位体アメリシウム(^{241}Am)の発する放射線により、Siナノ微粒子が荷電する。この時の荷電率は、ナノ微粒子の粒径とエアロゾル搬送管6内部の圧力(主に総圧)に依存するが、本実施の形態では粒径5nmのSiナノ微粒子に対して、約 10^{-5} の率で1価に荷電することができる(圧力10-100 Torrを想定)。

【0034】

エアロゾル搬送管6はDMA微粒子分級装置本体3に流入する前に、対称な形で2系統に分岐される。DMA微粒子分級装置本体3は、2重円筒微分形DMAの形式である。これは同心状に配置された内殻円筒15と外

[0033]

The aerosol transduced into the aerosol taking-in section 5 among the aerosol classification sections 1 by the above-mentioned mechanism consisted of a Si nano microparticle and He medium gas at the beginning of generation.

However, since it mixes with the argon (Ar) which is carrier gas introduced from the carrier gas inlet 8, medium gas becomes aerosol which is the mixed gas of Ar+He, and begins to be conveyed toward DMA microparticle classifier main-body 3.

Next, Si nano microparticle electrically charges according to the radiation which the radioisotope americium (^{241}Am) installed in the interior emits when passing an ionization chamber 7.

The charge rate at this time is dependent on the particle size of a nano microparticle, and the pressure (mainly total pressure) of the aerosol conveyance pipe 6 interior.

However, in this Embodiment, it can electrically charge monovalent by approximately 10^{-5} rate to Si nano microparticle with a particle size of 5 nm (pressure 10-100 Torr was assumed).

[0034]

Before flowing in the aerosol conveyance pipe 6 to DMA microparticle classifier main-body 3, it is branched to two lines in a symmetrical form.

DMA microparticle classifier main-body 3 is the mode of double cylindrical differential type DMA.

This is constituted on the basis of the

殻円筒 16 を基本に構成されている。2 系統に分岐されたエアロゾル搬送管 6 は、2 重円筒構造の共通中心軸に対称な形状で、DMA 微粒子分級装置本体 3 に接続されている。その他に、DMA 微粒子分級装置本体 3 には、シースガス導入口 9、分級済みエアロゾル取出口 10、シースガス取出口 11 が接続されている。ここで、シースガス取出口 11 は、エアロゾル搬送管 6 と同様に、2 重円筒構造の共通中心軸に対称な形状で接続されている。

【0035】

ここで、DMA 微粒子分級装置本体 3 の動作の概略を説明する。まず、シースガス導入口 9 より、シースガスとして Ar ガスが、20 l/min の流量で導入される。このシース Ar ガスは、フィルターメッシュ 14 を介して、外殻円筒 16 と内殻円筒 15 との空間（ここが狭義での分級領域 29 になる）に流入することで、分級領域 29 では効果的に層流となることができる。流入するシース Ar ガスにはほぼ等しい流量が、シースガス取出口 11 から大型メカニカルブースターポンプが接続されたロータリーポンプにより排出

inner-husk cylinder 15 and the outer-covering cylinder 16 which have been arranged in the shape of concentric.

The aerosol conveyance pipe 6 which branched to two lines is a shape symmetrical to the common center axis of double cylindrical structure, and is connected to DMA microparticle classifier main-body 3.

In addition, the sheathing gas introduction port 9, classification completed aerosol output port 10, and sheathing gas output port 11 are connected to DMA microparticle classifier main-body 3.

Here, sheathing gas output port 11 is connected in the shape symmetrical to the common center axis of double cylindrical structure like the aerosol conveyance pipe 6.

[0035]

Here, the outline of an operation of DMA microparticle classifier main-body 3 is demonstrated.

First, Ar gas is transduced by the rate of flow of 20 l/min as sheathing gas from the sheathing gas introduction port 9.

This sheathing Ar gas, the filter mesh 14 is intervened and it flows in to the space (thbecomess the classification region 29 in a narrow sense) of the outer-covering cylinder 16 and the inner-husk cylinder 15.

Then in the classification region 29, it becomes a laminar flow effectively.

A rate of flow almost equivalent to the sheathing Ar gas which flows in is discharged with the rotary pump to which the large-sized mechanical booster pump was connected from

される。一方、媒質ガスは、Ar + He の混合ガスから成っており、Si ナノ微粒子を含有するエアロゾルはDMA微粒子分級装置本体3の2重円筒構造の共通中心軸に対称な形状に分歧した、エアロゾル搬送管6から、エアロゾル噴出スリット12を通して、分級領域29に導入される。

【0036】

分級領域29では、内殻円筒15の外壁に貼りつけられた正極高電圧電極17と、外殻円筒16の内壁に貼りつけられた接地電極18により、共通中心軸に放射状の静電界を印加されている。エアロゾル噴出スリット12から分級領域29に導入された荷電されていないSi ナノ微粒子は、層流状のシースガスの流れに乗って、エアロゾル噴出スリット12からシースガス取出口11の方向（図1の中では左から右）に搬送され、シースガス取出口11から排出される。イオン化室7にて荷電されたSi ナノ微粒子は分級領域29に形成された静電界により偏向する。特に負に荷電されたSi ナノ微粒子は、内殻円筒15の側に引き寄せられ、一部はエアロゾル取込スリット13を経て、分級済エアロゾル取出口10から取り出すことができる。

sheathing gas output port 11.

On the other hand, medium gas consists of the mixed gas of Ar+He, from the aerosol conveyance pipe 6 which branched in the shape symmetrical to the common center axis of the double cylindrical structure of DMA microparticle classifier main-body 3, the aerosol which contains Si nano microparticle passes along the aerosol ejection slit 12, and is transduced into the classification range 29.

[0036]

In the classification region 29, the electrostatic field radial on a common centre axis is impressed by the positive-plate high-voltage electrode 17 stuck on the outer wall of the inner-husk cylinder 15, and the earth electrode 18 stuck on the inner wall of the outer-shell cylinder 16.

Si nano microparticle which was transduced into the classification range 29 from the aerosol ejection slit 12 and which it does not electrically charge rides the flow of laminar flow-like sheathing gas, and is conveyed from the aerosol ejection slit 12 in the direction of sheathing gas output port 11 (from the left to the right [The inside of FIG. 1]), it discharges from sheathing gas output port 11.

Si nano microparticle which it electrically charged by the ionization chamber 7 is deflected by the electrostatic field formed in the classification range 29.

Si nano microparticle which especially negative electrically charged can be drawn near to the inner-husk cylinder 15 side, one part can be taken out from classification settled aerosol

output port 10 passing through the aerosol taking-in slit 13.

【 0 0 3 7 】

分級領域 29 での荷電微粒子の軌跡は、原理的には、荷電微粒子のシースガス中での移動度、シースガスによる横方向搬送速度、静電界強度分布、幾何学形状（分級長 L 、内殻円筒径 R_1 、外殻円筒径 R_2 ）などにより決定される。実際の動作パラメータとして、シースガスの種類・流量、荷電微粒子の大きさ・価数などが軌跡を決定している。これらのパラメータを適切に設定することにより、特定の粒径の微粒子を分級済エアロゾル取出口 10 から抽出することができる。すなわち分級を行うことが可能となる。通常は、横方向搬送速度と幾何学形状の設定により、分級後粒径の中心値を決定しておき、最後に静電界強度（ソフト的なパラメータとして）を調整することで、ある範囲では任意の分級後粒径を選ぶことができる。

【 0 0 3 8 】

現実には、この際に分級精度が、有限のスリット幅、シースガス中におけるナノ微粒子のブラウン拡散の影響により、分級後も有限の粒径分布幅を持つことに

[0037]

Theoretically, the tracing of the charge fine particle in the classification region 29 is decided by the mobility in the inside of the sheath gas of a charge fine particle, the lateral-direction conveyance velocity by sheath gas, electrostatic-field intensity distribution, the geometrical shape (classification length L , diameter of an inner-husk cylinder R_1 , and diameter of an outer-shell cylinder R_2), etc.

As an actual parameter of operation, the kind * rate of flow of sheathing gas, the size * valence of an electric-charge microparticle, etc. determine the tracing.

By setting up these parameters appropriately, the microparticle of a specific particle size can be extracted from classification settled aerosol output port 10.

That is, a classification can be performed.

Usually, in a certain range, the desired particle sizes after classification can be chosen by determining the central value of the particle size after classification, and finally adjusting electrostatic-field strength by setup of lateral-direction conveyance speed and a geometrical shape, (as a parameter like a soft).

[0038]

Actually, the sharpness of classification in this case will have limited particle-size-distribution width also even for after classification under the influence of brown diffusion of the nano microparticle in a limited slit width and

なる。本実施の形態では、分級領域幾何学形状として、 $L: 20\text{ mm}$, $R_1: 25\text{ mm}$, $R_2: 35\text{ mm}$ 、シースガスとして、 Ar ガスを 20 l/min 、印加電圧を $1 - 200\text{ V}$ の範囲で可変とし、 -1 価に荷電した Si ナノ微粒子を対象とすることで、粒径中心値を $5 - 10\text{ nm}$ の範囲で任意に決定でき、分級後の粒径分布幾何標準偏差が 1.2 を実現している。

【0039】

ここで、シースガスとして Ar ガスを用いるのは、 He の 1.68 倍の分子径 σ 、同じく 1.13 倍の粘性率 μ を持つため、同じ流量でも分級の分解能を向上させることができるからである。しかも、希ガスの中では最も安価である。2重円筒微分形DMA分級装置においては、シースガスの分子径 σ 及び粘性率 μ を大きく設定することにより、分級分解能を極めて有効に向上させることができる。これは、2重円筒微分形DMA微粒子分級装置の分級領域におけるエアロゾル（微粒子と媒質ガス：キャリアガスとシースガス）の挙動を、気体分子運動論に基づくブラウン拡散現象として解析することにより得られた、分級後における粒径分布の相対半値全幅FWHMの2乗を表現す

sheathing gas.

In this Embodiment, as a classification region geometrical shape, $L: 20\text{ mm}$ and $R_1: 25\text{ mm}$ and $R_2: 35\text{ mm}$, as sheath gas, Ar gas is made into 20 l/min and an applied voltage is made as variable in $1-200\text{ V}$, making into object Si nano fine particle which electrically charged to -1 value|valence can determine a particle-size central value as desired in the range of $5-10\text{ nm}$, it implements that the particle-size-distribution geometry standard deviation after classification is 1.2 .

[0039]

Here, Ar gas is used as sheath gas because the resolving power of a classification can be improved also by the same rate of flow, since it has a 1.68 times as many molecular diameter (σ) as He and 1.13 times the viscosity of this (micron) as He .

And in a noble gas, it is the cheapest.

In a double cylindrical differential type DMA classifier, classification degradation ability can be improved very effectively by setting up greatly the molecular diameter (σ) and viscosity micron of sheath gas.

The relation of the following third formula expressing a square of the relative full width at half maximum FWHM of the particle size distribution after classification obtained by analyzing the behavior of the aerosol (a microparticle and medium gas: carrier gas and sheathing gas) in the classification range of a double cylindrical differential type DMA microparticle classifier as a brown diffusion phenomenon based on a kinetic theory of gases

る次の第（３）式の関係式で説明 can demonstrate this.
 明することができる。

【数 3】

[EQUATION 3]

$$\text{FWHM}^2 = \text{const.} \times \frac{\left(b + \frac{1}{b}\right) \frac{R_1}{R_2} (R_1 + R_2) (kT)^2}{\mu \cdot \sigma^2 \cdot Q \cdot P \cdot d_s^2}$$

$$b = \frac{L}{R_2 - R_1}, \quad \text{const.} \cong 2.784$$

．．．．（３）

****(3).

【 0 0 4 0 】

[0040]

分級分解能が相対半値全幅 FWHM の逆数に比例するものであるとし、第（３）式を活用することで、シースガスの分子径 σ 、粘性率 μ の他にも、シースガス流量 Q 、分級動作圧力 p 、分級動作温度 T などの分級動作パラメータの、分級分解能への依存性を導くことができる。この結果を（表 2）にまとめておく。 k はボルツマン定数である。

Classification degradation ability presupposes that it is a thing proportional to the inverse of the relative full width at half maximum FWHM, by using formula (3), the dependence to the classification degradation ability of classification operation parameters, such as sheath gas-flow-rate Q , the classification working pressure p , and the classification operating temperature T , other than the molecular diameter (sigma) of sheath gas and a viscosity micron can be drawn.

This result is summarized in (Table 2).

K is a Boltzmann's constant.

【表 2】

[TABLE 2]

シースガス流量 Q	$Q^{0.5}$
動作圧力 p	$p^{0.5}$
シースガス分子径 σ	σ
微粒子の粒径 d_p	d_p
動作温度 T	T^{-1}

Sheath gas flow rate

Working pressure

The diameter of a sheath gas molecule

The particle size of a fine particle

Operating temperature

【0041】

本実施の形態では、Si ナノ微粒子生成時に必要な軽いHe ガスとは別に、シースガスとしては重いAr ガスを用いているのは、分子径 σ を大きくとることによって、分級分解能を向上させる意図がある。また、シースガス流量 Q もできるだけ大きく設定して分級分解能向上に寄与させている。分級動作圧力 p は、Si ナノ微粒子生成時のHe ガス圧力が低いため (10.0 Torr) むやみには高くできない。すなわち、エアロゾル取込部5の機構に制限される。さらに、動作温度であるが、これを低く設定することが分級分解能向上に有効ではあるが、現実的に装置全体を冷却することには大きなコストがかかるので、室温動作としている。最後に、対

[0041]

In this Embodiment

Apart from light He gas required at the time of Si nano fine-particle generation, using Ar gas heavy as sheath gas has the intent made to improve classification degradation ability by taking a large molecular diameter (sigma).

Moreover, you also set up sheathing gas-flow-rate Q as greatly as possible, and it is making it contribute to a classification resolution enhancement.

Since He gas pressure at the time of Si nano fine-particle generation is low (10.0 Torr), the classification working pressure p is not made highly recklessly.

That is, the mechanism of the aerosol taking-in section 5 limits.

Furthermore, it is an operating temperature.

However, it is effective in a classification resolution enhancement to set this up low.

However, major cost starts cooling the whole apparatus actually.

象微粒子の粒径 d_p であるが、これが小さくなるにつれて分級分解能が低下する傾向にある。数 nm、特に 5 nm 以下のナノ微粒子を対象とする DMA 分級装置の設計には細心の注意が必要とされる。

Therefore, it is considering as the room-temperature operation.

Finally, it is particle-size d_p of an object microparticle.

However, it is in the trend for classification degradation ability to fall as the becomes smaller.

A careful caution is needed for design of the DMA classifier which makes object a several nm, in particular 5 nm or less nano fine particle.

【 0 0 4 2 】

[0042]

【発明の効果】

以上のように、本発明によれば、エアロゾル発生領域からこれを分級装置へ差圧を利用して導入する方式の DMA 型分級装置において、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入・分級することが可能となる。ここで、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細く設定したことで、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

[ADVANTAGE of the Invention]

As mentioned above, according to this invention, in the DMA type classifier of the system which introduces this from the aerosol production region to a classifier using pressure difference, aerosol can be introduced * classified inside the classifier which has a value equivalent or high as a total pressure from the aerosol production region equivalent or low as a total pressure.

Here, the aerosol capture section comprised at the classifier side is having piping structure where specific carrier gas flows, and it set up more thinly than the path of piping before and after.

Thereby, it makes it possible to lower more effectively the static pressure of the classifier side aerosol capture section.

【 0 0 4 3 】

[0043]

また、エアロゾル発生領域にお

Moreover, the medium gas of a different kind

ける媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種より質量の大きい媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとったことでさらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることとなり、ひいてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。同時に、DMA型分級装置内における媒質ガス（キャリアガスもしくはシースガス）の質量が大きいために、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散による空間的散逸を抑制するので、結果として分級精度を上げることも可能としている。

from the medium gas source in the aerosol production region and medium gas with larger mass than the medium gas source in particular in the aerosol production region will further lower the static pressure of the aerosol capture section of a classifier effectively by having taken the composition introduced as the carrier gas or sheath gas inside a classifier, as a result, aerosol can be more efficiently received to a classifier.

Simultaneously, since the mass of the medium gas in a DMA type classifier (carrier gas or sheathing gas) is large, the spatial dissipation by brown diffusion of the object ultrafine particle in a classification range is suppressed.

Therefore, it also makes it possible to raise a sharpness of classification as a result.

【図面の簡単な説明】**[BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS]****【図 1】**

本発明の実施の形態における微粒子分級装置の断面模式図

[FIG. 1]

Cross-sectional model of the microparticle classifier in Embodiment of this invention

【図 2】

本発明の実施の形態におけるエアロゾル取込部周辺の拡大図

[FIG. 2]

The expanded view of an aerosol taking-in section periphery in Embodiment of this invention

【符号の説明】

- 1 エアロゾル分級部
- 2 エアロゾル生成部

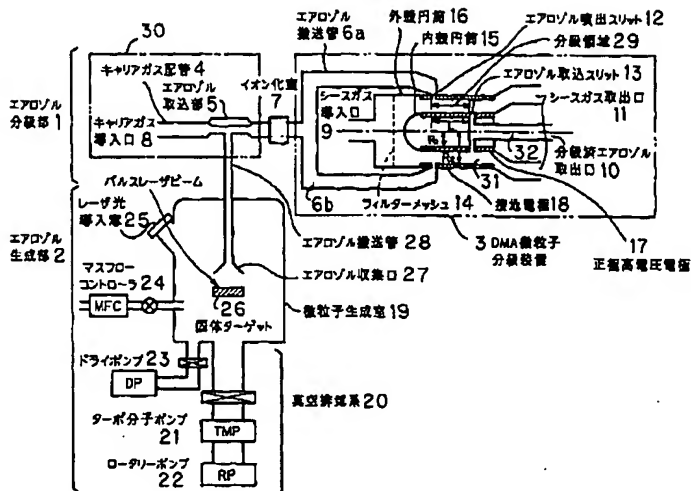
[Description of Symbols]

- 1 Aerosol classification section
- 2 Aerosol generation section

3	DMA微粒子分級装置	3	DMA microparticle classifier
4	キャリアガス配管	4	Carrier gas piping
5	エアロゾル取込部	5	Aerosol taking-in section
6	エアロゾル搬送管	6	Aerosol conveyance pipe
7	イオン化室	7	Ionization chamber
8	キャリアガス導入口	8	Carrier gas inlet
9	シースガス導入口	9	Sheathing gas introduction port
10	分級済エアロゾル取出口	10	Classification settled aerosol output port
11	シースガス取出口	11	Sheathing gas output port
12	エアロゾル噴出スリット	12	Aerosol ejection slit
13	エアロゾル取込スリット	13	Aerosol taking-in slit
14	フィルターメッシュ	14	Filter mesh
15	内殻円筒	15	Inner-husk cylinder
16	外殻円筒	16	Outer-covering cylinder
17	正極高電圧電極	17	Positive-electrode high-voltage electrode
18	接地電極	18	Earth electrode
19	微粒子生成室	19	Microparticle generation chamber
20	真空排気系	20	Evacuation group
21	ターボ分子ポンプ	21	Turbo molecular pump
22	ロータリーポンプ	22	Rotary pump
23	ドライポンプ	23	Dry pump
24	マスフローコントローラ	24	Mass-flow controller
25	レーザ光導入窓	25	Laser-beam transduction window
26	固体ターゲット	26	Solid target
27	エアロゾル収集口	27	Aerosol collection mouth
28	エアロゾル搬送管	28	Aerosol conveyance pipe
29	分級領域	29	Classification range
30	エアロゾル取込み装置	30	Aerosol reception apparatus

【図 1】

[FIG. 1]

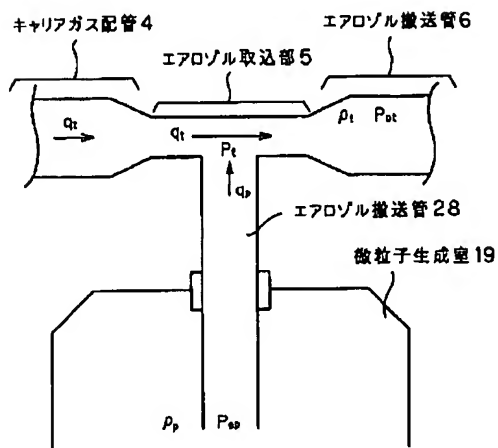


- 1: Aerosol classification section
- 2: Aerosol generation section
- 3: DMA fine-particle classifier
- 4: Carrier gas piping
- 5: Aerosol taking-in section
- 6a: Aerosol conveyance pipe
- 7: Ionization chamber
- 8: Carrier gas inlet
- 9: Sheath gas introduction port
- 10: Classification completed aerosol output port
- 11: Sheath gas output port
- 12: Aerosol ejection slit
- 13: Aerosol taking-in slit
- 14: Filter mesh
- 15: Inner-husk cylinder
- 16: Outer-shell cylinder
- 17: Positive-electrode high-voltage electrode
- 18: Earth electrode
- 19: Fine-particle generation chamber
- 20: Evacuation -based
- 21: Turbo-molecular pump
- 22: Rotary pump
- 23: Dry pump

- 24: Mass-flow controller
- 25: Laser-beam introduction window
- 26: Solid target
- 27: Aerosol collection mouth
- 28: Aerosol conveyance pipe
- 29: Classification region

【図 2】

[FIG. 2]



- 4: Carrier gas piping
- 5: Aerosol taking-in section
- 6: Aerosol conveyance pipe
- 28: Aerosol conveyance pipe
- 19: Fine-particle generation chamber



DERWENT TERMS AND CONDITIONS

Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 許出願公開番号

特開2000-146818

(P2000-146818A)

(43) 公開日 平成12年5月26日 (2000.5.26)

(51) IntCl⁷

識別記号

F I

ページト (参考)

G 0 1 N 15/02

G 0 1 N 15/02

F

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-314297

(22) 出願日 平成10年11月5日 (1998.11.5)

(71) 出願人 390010021

松下技研株式会社

神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1号

(72) 発明者 吉田 岳人

神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1号 松下技研株式会社内

(72) 発明者 牧野 俊晴

神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1号 松下技研株式会社内

(74) 代理人 100082692

弁理士 藤合 正博

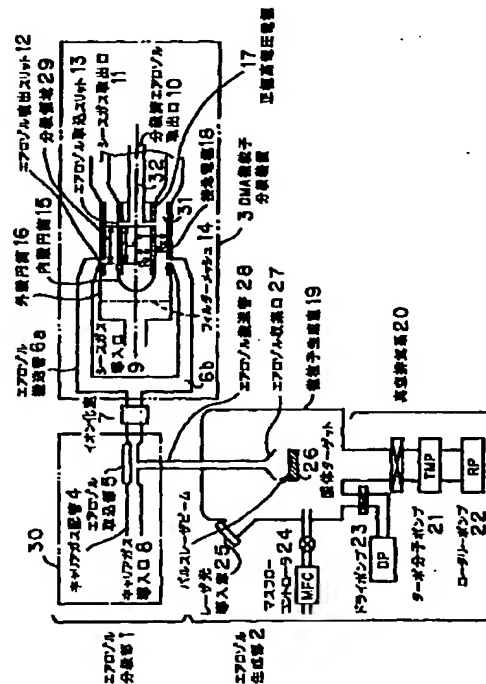
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微粒子分級方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】 減圧下で生成される粒径数nmレベルの超微粒子を高精度で分級し、さらに高真空側の堆積室へ搬送することが可能な分級装置を提供すること。

【解決手段】 微粒子生成室19のエアロゾル発生領域からこれを分級装置3へ、エアロゾルを差圧を利用して導入するに際し、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧を同等あるいは高く設定する。この構成で、エアロゾル取り込み部5のキャリアガス流速を大きくすることにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げ、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することができる。



PTO 2003-4370

S.T.I.C. Translations Branch

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、前記エアロゾル発生領域の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等か或いは高くなるように設定したことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項2】 エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細いことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項3】 エアロゾル発生領域で発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入し、微粒子を分級するに際して、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されることを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項4】 エアロゾル発生領域における媒質ガスの密度よりも高い密度を有する媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されることを特徴とする請求項3記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項5】 エアロゾル発生領域でエアロゾルを発生する段階と、発生されたエアロゾルを分級装置へ差圧を利用してエアロゾル取り込み部へ導入する段階と、エアロゾル取り込み部へ導入されたエアロゾルを微粒子分級部へ搬送する段階と、微粒子を分級する段階とから成り、前記エアロゾルを分級装置へ導入するに際して、前記エアロゾル発生領域の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等か或いは高くなるように設定したことを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級方法。

【請求項6】 ターゲット体にレーザビームを当ててエアロゾルを生成する手段と、生成されたエアロゾルを差圧を利用してエアロゾル分級手段へ取り込むエアロゾル取り込み手段と、エアロゾルから微粒子を分級する微粒子分級手段と、エアロゾルをエアロゾル取り込み手段から微粒子分級手段へ搬送するエアロゾル搬送手段とから成り、

エアロゾル取り込み手段は、前記エアロゾル発生手段の総圧に比較して、前記分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み手段の部位の総圧が、同等か或いは高くなるように設定されていることを特徴とするエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

【請求項7】 エアロゾル取り込み手段は、エアロゾル生成手段とは分岐して延び、且つエアロゾル搬送のため

のキャリアガスが流れるキャリアガス配管に接続されており、またエアロゾル取り込み手段の取り込み部位の配管の径は前後のキャリアガス配管の径よりも細く設定されていることを特徴とする請求項6記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

【請求項8】 微粒子分級手段は、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガスが、微粒子分級手段内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入されるシースガス導入配管に接続されていることを特徴とする請求項6または7記載のエアロゾル中微粒子に対する微粒子分級装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、エアロゾル中の微粒子に対して気相で動作する微粒子分級装置であって、特にエアロゾル中の対象微粒子を荷電させ、さらに静電界を印加することで、粒径に依存した移動度の差を利用して分級する形式の微粒子分級装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】微粒子分級装置の方式としては従来から種々のタイプのものがあるが、第1の従来例として、電気移動度分級法(Differential Mobility Analyzing: DMA)について述べる。これは、エアロゾル中の微粒子を分級するに際し、対象微粒子を荷電した後に静電界を印加し、微粒子の大きさ(粒径)により媒質ガス中の移動度が違うことを利用して行う分級法である。この技術についての詳細は例えば、ジャーナル・オブ・エアロゾル・サイエンス、第28巻(1997年)、193頁から206頁(J. Aerosol Sci. 28, pp193-206 (1997).)に記載されている。

【0003】第2の従来例として、微粒子線質量分級法(Particle Beam Mass Spectrometry: PBMS)について述べる。これは対象となる微粒子を封入した微粒子源から、高真空中に噴出する過程で微粒子を超音速線(ビーム)化する。次に、この微粒子線に電子線を照射することで荷電させ、同じく高真空中で電界を印加することで、微粒子の質量に応じた分級を行う方式である。この技術についての詳細は例えば、ジャーナル・オブ・エアロゾル・サイエンス、第26巻(1995年)、745頁から756頁(J. Aerosol Sci. 26, pp745-756 (1995).)に記載されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記第1の従来例では、元来大気圧のエアロゾルからサンプリングし分級することを前提に開発が始まったこともあり、分級装置内部の動作ガス圧が高く、最近の減圧型DMAでも50-100 Torr以上の動作圧力が必要と考えられる。一方、機能材料化する目的で粒径数nm(ナノメートル)、特に10nm以下の超微粒子を物理

的気相中で生成するためには、ガス圧50 Torr以下のできる限り質量の小さい希ガス雰囲気で行うことが望ましい。このように生成された超微粒子を、分級・堆積のプロセスを経て、機能材料として用いるためには、分級装置としてはより低圧での動作が可能なDMAが必要となってくる。何故なら、生成領域から分級装置にエアロゾルを流入させるためには、差圧導入を用いることが最も有効だからである。また、DMAの分級精度は、エアロゾル中対象微粒子のブラウン拡散の度合いにより決定されるため、生成領域で必要とされるような軽い希ガスを媒質ガスとして用いることによって、劣化して行く傾向を持つ。

【0005】次に第2の従来技術によって、粒径数nmの超微粒子を分級するためには、超微粒子を微粒子源からの噴出過程でビーム化するため流体力学的レンズの設計が困難になって来る。また、装置のサイズを常識的な範囲の装置の大きさに留めるかぎりは、分級部真空槽壁面の電気的接地が0.1ボルト(V)以下の精度になる必要がある。

【0006】本発明は上記の課題に鑑みなされたものであって、減圧下例えば50 Torr以下で生成される粒径数nmレベルの超微粒子を効率よくサンプリングして高精度の分級を行い、さらに高真空側の堆積室へ分級済み超微粒子を搬送することが可能な、DMA型の分級装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明のDMA型分級装置は、エアロゾル発生領域からこれを分級装置へ差圧を利用して導入するに際し、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、分級装置にエアロゾルを取り込むためには、取り込み部のキャリアガス流速を大きくすることにより、静圧を下げる必要がある。これにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することができる。

【0008】また、本発明のDMA型分級装置は、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細く設定されているため、エアロゾル取り込み部における局所的キャリアガスの流速が高まる構造となっている。これにより、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

【0009】さらに、本発明のDMA型分級装置は、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種

より質量の大きい媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとっている。これにより、さらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることになり、ひいてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。それと同時に、DMA型分級装置内における媒質ガス(キャリアガスもしくはシースガス)の質量が重いことは、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散を抑制するので結果として分級精度が上がることにもなる。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明は、エアロゾル発生領域からエアロゾルを分級装置へ差圧を利用して導入する方式のDMA微粒子分級方法において、エアロゾル発生領域の総圧に比較して、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、分級装置にエアロゾルを取り込むために、取り込み部にキャリアガスを大きな流速で流す構造とすることにより、取り込み部の静圧を下けている。これにより、取り込み部の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入することが可能となる。

【0011】ここで、請求項2に記載のように、分級手段側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れるようになっており、かつエアロゾル取り込み部位の径は、その前後の配管の径よりも細く設定されているため、エアロゾル取り込み部における局所的キャリアガスの流速が高まる構造となっている。これにより、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

【0012】さらに、請求項3、4に記載のように、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種より質量の大きい媒質ガスが、分級手段内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとっている。これにより、さらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることになり、延いてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。

同時に、DMA微粒子分級装置内における媒質ガス(キャリアガスもしくはシースガス)の質量が重いために、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散による空間的散逸を抑制するので、結果として分級精度が上がることも繋がる。

【0013】(実施の形態)次に、本発明における実施の形態について説明をする。図1に、本実施の形態における微粒子分級装置の断面模式図を示す。図1は大きく分類して、エアロゾル中の微粒子を分級するエアロゾル分級部1と、微粒子を含むエアロゾルを生成(発生)するエアロゾル生成部2により構成されている。さらに、

エアロゾル分級部1は2重円筒微分形DMA微粒子分級装置本体3、エアロゾル取込部5、エアロゾル搬送管6などから構成されている。

【0014】エアロゾル生成部2は微粒子生成室19とその真空排気系20などから構成されている。エアロゾル生成部2は、微粒子を含むエアロゾルを生成するための本体となる微粒子生成室19と、微粒子生成室19に設けられ微粒子生成室20内に設置された固体ターゲット26に向けてパルスレーザビームを導入する導入窓25と、固体ターゲット26から放出されたエアロゾルをエアロゾル分級部2へ送給する第1のエアロゾル搬送管28とから構成され、第1のエアロゾル搬送管28の一端は微粒子分級生成室19内の固体ターゲット26設置部分まで延びてこの先端にエアロゾルを収集するエアロゾル収集口27が設けられている。微粒子生成室19には、真空排気系20としてターボ分子ポンプ21と、ロータリーポンプ22とが接続されている。また微粒子生成室19には、この微粒子生成室の内部を乾燥させるためのドライポンプ23が接続されるとともに、マスフローコントローラ24が接続されている。

【0015】エアロゾル分級部1は大きく分けて微粒子生成部2において生成されたエアロゾルを取り込むエアロゾル取込み装置30と、取り込まれたエアロゾルから微粒子を分級する微粒子分級装置3とから構成されている。

【0016】エアロゾル取込み装置30は、上記第1のエアロゾル搬送管28の他端に連結されエアロゾル生成室19から送給されたエアロゾルを取り込むエアロゾル取込部5と、一端がエアロゾル取込部5に接続されたキャリアガス配管4と、キャリアガス配管4とは反対側において一端がエアロゾル取込部5に接続されエアロゾル取込部5に取り込まれたエアロゾルを微粒子分級装置3へ向けて送給する第2のエアロゾル搬送管6とから構成されている。このエアロゾル取込み装置30は図2に拡大して示すように、エアロゾル取込部5、キャリアガス配管4、第2のエアロゾル搬送管6の部分がいずれも管状体から構成されており、キャリアガス配管4およびエアロゾル搬送管6の直径に比べてエアロゾル取込部5の直径が小さな寸法に設定されている。また、キャリアガス配管4の他端にはキャリアガス導入口8が設けられ、このキャリアガス導入口8からはキャリアガスがエアロゾル取込部5の方へ向けて送り込まれる。キャリアガスはエアロゾル取込部5に取り込まれたエアロゾルを微粒子分級装置3へ向けて搬送する役割を持つ。なお、エアロゾル取込み装置30と微粒子分級装置3との間にはエアロゾルをイオン化するイオン化室7が設けられている。

【0017】この実施の形態において、微粒子分級装置3にはDMA微粒子分級装置が採用されている。この微粒子分級装置3は、装置本体となる筒状の外殻円筒16

と、外殻円筒16の内部に配置された内殻円筒15と、先に述べた第2のエアロゾル搬送管6とから構成されている。外殻円筒16は、基端部（後端部：エアロゾルの流れる方向先方を前方或いは先方とし、逆方向を後方とする）および先端部が開放された筒状体から成り、基端部には外殻円筒16から段差状に縮径したシースガス導入口9が設けられている。また、外殻円筒16の長手方向中間部の内部には、当該外殻円筒16と内殻円筒15との間に出来た隙間により通路31が形成され、この通路31の先方にはシースガス取出口11が設けられている。さらに、外殻円筒16の長手方向中間部の側面の複数箇所には、当該外殻円筒16の内外を連通する微細な隙間により成るエアロゾル噴出スリット12が形成されている。

【0018】内殻円筒15は外殻円筒16よりも小さな径を持つ筒状体から成り、その後端部は密閉される一方、先端部は開放されたキャップ構造を有している。また、内殻円筒15の先端寄り部分の側面の複数箇所には、通路31と内殻円筒15の内部とを連通する微細な隙間により成るエアロゾル取込スリット13が形成されている。さらに、内殻円筒15は、その先端部分において上記エアロゾル取込スリット13部分から先方へ延びるエアロゾル取出管32に接続され、このエアロゾル取出管32の先端には分級済のエアロゾルが取り出されるエアロゾル取出口10が形成されている。

【0019】第2のエアロゾル搬送管6は、微粒子分級装置3部分においては、分岐して複数（図1では2つ）の分岐管6a、6bになり、両分岐管6a、6bの先端は外殻円筒16の側面に形成されたエアロゾル噴出スリット12に外側から接続されている。

【0020】本実施の形態では、シリコン（Si）やゲルマニウム（Ge）など高純度半導体の固体ターゲット26に、パルスレーザビームを集光照射することで、固体ターゲット26の表面からアプレート（脱離・射出）されたイオン・原子・クラスタを、ヘリウム（He）などの希ガスが充満した物理的気相中で再凝縮させることで微粒子化させる。このとき、生成される微粒子の粒径分布は、ターゲット材料種、パルスレーザビームの照射条件（波長、パルス幅、エネルギー密度）、希ガス圧力、ターゲットからの距離・方向などによって変化する。粒径分布に最も大きな影響を与えるのは、希ガス圧力である。半導体固体材料としてSi、希ガスとしてHeを用いた場合、概ねガス圧が、3-20 Torrで、粒径が数nmから数10nm、最大でも50nmの、いわゆるナノ微粒子が形成される。

【0021】さらに具体的に本実施の形態におけるナノ微粒子の生成方法について述べる。微粒子生成室19は、表面露出原子数の大きいナノ微粒子（粒径5nmでは約40%が表面露出原子となる）が酸化や不純物汚染に極めて敏感であることから、超高真空対応に電界研磨

10

20

30

40

50

を施されたSUS304合金を用いて構成されている。接続される各バルブ・フランジも200℃ベークが可能な超高真空対応品を使用している。この微粒子生成室19を、ターボ分子ポンプ21を主ポンプ、ロータリーポンプ22をバックアップポンプとして排気することにより、到達真空度として、 10^{-10} Torr台を達成している。ナノ微粒子生成時には、マスフローコントローラ24を介して高純度半導体プロセス用Heガス(純度99.9999%以上)を200sccmの一定流量で導入する。マスフローコントローラ24及び高純度半導体

【0022】上述の減圧He雰囲気において、微粒子生成室19に設置され、8rpm(回転/分)の角速度で自転している固体ターゲット26に、パルスレーザービームを石英製のレーザー光導入窓25を通して集光照射することで、固体ターゲット26の表面においてアブレーションを起こす。ここで、固体ターゲット26としては高純度Si単結晶基板(面方位(100)、比抵抗 $10\Omega\cdot\text{cm}$)を使用した。パルスレーザービームの集光照射としては、QスイッチNd:YAGレーザーの第2高調波(波長:532nm、パルスエネルギー:10mJ、パルス幅:40ns、繰り返し周波数:10Hz)を、固体ターゲット26の表面上で $10\text{J}/\text{cm}^2$ のエネルギー密度になるよう集光照射している。

【0023】固体ターゲット26の表面からアブレート(脱離・射出)されたSi種(イオン・原子・クラスター)は、雰囲気Heの原子と衝突を繰り返すことにより当初の射出運動エネルギーを雰囲気Heガスへ散逸しつつ、Si種どうしの会合が促進されることで、物理的气相中での凝縮すなわちナノ微粒子生成が起こる。このとき、生成されるナノ微粒子の粒径分布は、ターゲット材料種、パルスレーザービームの照射条件(波長、パルス幅、エネルギー密度)、ターゲットからの距離・方向、雰囲気希ガス圧力などによって変化する。

【0024】粒径分布に最も大きな影響を与えるのは雰囲気希ガス圧力である。これがある閾値を下回ると急激に気相でのナノ微粒子生成はなされにくくなり、射出Si種の大半は堆積基板上で非晶質Si薄膜として凝縮するようになる。この閾値は、材料としてSiとHeを用い、レーザーとしてパルス幅が数から数十nsのQスイッチレーザーを用いた場合、3-5Torr付近にある。また、雰囲気希ガス圧力がこの閾値を超えて高くなり過ぎると、ナノ微粒子どうしの凝集が急激に発生し出し、見かけ上20nm以上の微粒子が生成されたり、さらにこれらがブドウの房状に凝集したものが多数見受けられるようになる。これは、射出Si種の雰囲気希ガスによ

る閉じ込め効果(ブルームの閉じ込め効果)が顕著になることで射出Si種の空間密度が上がり過ぎるためである。

【0025】そこで、本実施の形態では、ナノ微粒子生成が起こる上でなるべく低い雰囲気He圧力として、 10^{-10} Torrを設定した。また、固体ターゲット26表面からの距離が長くなるにつれても微粒子の成長が促進される傾向がある。したがって、本実施の形態では、固体ターゲット26表面の鉛直上3.0cmにエアロゾル収集口27を設け、気相で生成したナノ微粒子を雰囲気Heガスとともにエアロゾルとして引き出すことにより、運動エネルギーを散逸させて気相に滞留することで不要な凝集による大粒化を抑制している。ここで収集されたSiナノ微粒子を含有しHeガスを媒質ガスとするエアロゾルは、エアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル分級部1のエアロゾル取込部5に流入する。

【0026】本実施の形態のDMA微粒子分級装置3では、エアロゾル生成部2の総圧に比較して、エアロゾル分級部1側に構成されたエアロゾル取込部5の総圧が、同等あるいは高く設定されている。この構成で、DMA微粒子分級装置3にエアロゾルを取り込むために、エアロゾル取込部5にキャリアガスを大きな流速で流す構造とすることにより、エアロゾル取込部5の静圧を下げていく。これにより、エアロゾル取込部5の静圧をエアロゾル発生領域の総圧より下げることができれば総圧としては同等あるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等あるいは高い値をもつDMA微粒子分級装置3内部に、エアロゾルを導入することが可能となる。

【0027】上述の構成によって、Siナノ微粒子とHe媒質ガスからなるエアロゾルが、エアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル分級部1のエアロゾル取込部5に流入する機構を、エアロゾル取込部5周辺の拡大図(図2)を用いて若干詳しく説明する。

【0028】対象エアロゾルがエアロゾル搬送管28を通して、エアロゾル分級部1のエアロゾル取込部5に導入されるよう緒条件を設計するためには、総圧(p_{op} とする)なる微粒子生成室19及びエアロゾル搬送管28から、静圧(p_t とする)なるエアロゾル取込部5への流入状況を流体力学的に解析する必要がある。図2に示すように、微粒子生成室19の内部における実質的流速は無視でき、エアロゾル取込部5内部では、流速(q_t とする)の層流があるとしている。ここで一般に、媒質の静圧 p 、総圧 p_o 、密度 ρ 、流速 q の間には流体力学のベルヌーイの定理から、次の第(1)式で表わされる関係が成り立っている。

【数1】

$$P + \frac{\rho q^2}{2} = P_o$$

..... (1)

【0029】以降、添え字「p」が微粒子生成室19の内部を、添え字「t」がエアロゾル取込部5の内部を示すものとする。これに気体分子運動論的解析を加味する*

$$q_p^2 = \frac{2\gamma}{\gamma-1} \frac{P_{op}}{P_p} \left\{ 1 - \left(\frac{P_{ot} - \frac{P_t q_t^2}{2}}{P_{op}} \right)^{\frac{\gamma-1}{\gamma}} \right\}$$

..... (2)

【0030】ここで γ は媒質ガスの比熱比で気体分子の構造によって決まるものである。Ar（アルゴン）やHeなどの希ガス（単原子気体）では、気体の種類によらず1.667である。本実施の形態では、キャリアガスとして、総圧25 TorrのArを、微粒子生成室19側のエアロゾル媒質ガスとして、総圧10 TorrのHeを採用している。この設定においては、エアロゾル取込部5での流速 q_t が、260 m/sに到達すると、エアロゾル搬送管28からエアロゾル取込部5への流入が可能となる。また、エアロゾル取込部5での流速 q_t には上限があって、その値は336 m/sである。また、エアロゾル搬送管28からエアロゾル取込部5への流入流速 q_p にも上限があって、その値は1680 m/sである。なお上記2種類の流速上限値は圧力設定にはよらず、気体種類（分子量、分子構造）と温度のみにより決まるもので、正しく音速である。

【0031】さらに、(数2)から特に、エアロゾル取込部5での流速 q_t を上げることににより p_t が下がり、効果的にエアロゾルの取り込みを促進できることが判明するその他の各設定パラメータ： ρ_t 、 P_{ot} 、 ρ_p 、 P_{op} が、流入流速 q_p に及ぼす効果を導くことができる。その結果を(表1)にまとめておく。

【表1】

キャリアガス流速 q_t	q_t^2
キャリアガス密度 ρ_t	ρ_t
キャリアガス総圧 P_{ot}	P_{ot}
エアロゾル媒質ガス密度 ρ_p	ρ_p^{-1}
エアロゾル媒質ガス総圧 P_{op}	P_{op}

【0032】本実施の形態では、キャリアガスArの流量を2.0 l/min（標準状態）と設定している。エアロゾルの取り込みにおいては、前述のようにこの流量が多いほど有利であるが、後述するように、あまり上げてしまうとシースガスとの比率が上がることで、分級分解能が低下してしまうからである。エアロゾル取込部5において、この流量（2.0 l/min）を先の流速 q_t 上限速度336 m/sの80%で達成するよう設定す※50

*ことにより、エアロゾル搬送管28からエアロゾル取込部5への流入速度 q_p の2乗を、次の(2)式で表現することができる。

【数2】

10※ると、エアロゾル取込部5の径は、2.5 mmとすべきことが導かれる。キャリアガス配管4としては、クリーン度が高いEP管の入手し易さと、配管全体のコンダクタンス確保の必要性から、内径4.3 mmの1/4インチ配管を使用しているため、エアロゾル取込部5では図2に示すようにくびれ構造をとっている。ここで、エアロゾル取込部5でのキャリアガス流速 q_t を上限速度336 m/sの80%と設定すると、エアロゾル搬送管28からエアロゾル取込部5への境界領域での流入流速 q_p は、338 m/sとなり実用上十分な値が確保される。

【0033】上述の機構で、エアロゾル分級部1のうちエアロゾル取込部5に導入されたエアロゾルは、生成当初はSiナノ微粒子とHe媒質ガスから構成されていたが、キャリアガス導入口8から導入されるキャリアガスであるアルゴン（Ar）と混合されるため、媒質ガスがAr+Heの混合ガスであるエアロゾルとなって、DMA微粒子分級装置本体3に向かって搬送され始める。次に、イオン化室7を通過する際に内部に設置された放射性同位体アメリカシウム（ ^{241}Am ）の発する放射線により、Siナノ微粒子が荷電する。この時の荷電率は、ナノ微粒子の粒径とエアロゾル搬送管6内部の圧力（主に総圧）に依存するが、本実施の形態では粒径5 nmのSiナノ微粒子に対して、約 10^{-5} の率で1個に荷電することができる（圧力10-100 Torrを想定）。

【0034】エアロゾル搬送管6はDMA微粒子分級装置本体3に流入する前に、対称な形で2系統に分岐される。DMA微粒子分級装置本体3は、2重円筒微分形DMAの形式である。これは同心状に配置された内殻円筒15と外殻円筒16を基本に構成されている。2系統に分岐されたエアロゾル搬送管6は、2重円筒構造の共通中心軸に対称な形状で、DMA微粒子分級装置本体3に接続されている。その他に、DMA微粒子分級装置本体3には、シースガス導入口9、分級済みエアロゾル取出口10、シースガス取出口11が接続されている。ここで、シースガス取出口11は、エアロゾル搬送管6と同様に、2重円筒構造の共通中心軸に対称な形状で接続されている。

【0035】ここで、DMA微粒子分級装置本体3の動作の概略を説明する。まず、シースガス導入口9より、シースガスとしてArガスが、2.0 l/minの流量で

導入される。このシースArガスは、フィルターメッシュ14を介して、外殻円筒16と内殻円筒15との空間（ここが狭義での分級領域29になる）に流入することで、分級領域29では効果的に層流となることができる。流入するシースArガスにはほぼ等しい流量が、シースガス取出口11から大型メカニカルブースターポンプが接続されたロータリーポンプにより排出される。一方、媒質ガスは、Ar+Heの混合ガスから成っており、Siナノ微粒子を含有するエアロゾルはDMA微粒子分級装置本体3の2重円筒構造の共通中心軸に対称な形状に分岐した、エアロゾル搬送管6から、エアロゾル噴出スリット12を通して、分級領域29に導入される。

【0036】分級領域29では、内殻円筒15の外壁に貼りつけられた正極高電圧電極17と、外殻円筒16の内壁に貼りつけられた接地電極18により、共通中心軸に放射状の静電界を印加されている。エアロゾル噴出スリット12から分級領域29に導入された荷電されていないSiナノ微粒子は、層流状のシースガスの流れに乗って、エアロゾル噴出スリット12からシースガス取出口11の方向（図1の中では左から右）に搬送され、シースガス取出口11から排出される。イオン化室7にて荷電されたSiナノ微粒子は分級領域29に形成された静電界により偏向する。特に負に荷電されたSiナノ微粒子は、内殻円筒15の側に引き寄せられ、一部はエアロゾル取込スリット13を経て、分級済エアロゾル取出口10から取り出すことができる。

【0037】分級領域29での荷電微粒子の軌跡は、原理的には、荷電微粒子のシースガス中での移動度、シースガスによる横方向搬送速度、静電界強度分布、幾何学形状（分級長L、内殻円筒径R₁、外殻円筒径R₂）などにより決定される。実際の動作パラメータとして、シースガスの種類・流量、荷電微粒子の大きさ・価数など*

$$FWHM^2 = \text{const.} \times \frac{\left(b + \frac{1}{b}\right) \frac{R_1}{R_2} (R_1 + R_2) (kT)^2}{\mu \cdot \sigma^2 \cdot Q \cdot P \cdot d_p^2}$$

$$b = \frac{L}{R_2 - R_1}, \quad \text{const.} \cong 2.784$$

..... (3)

【0040】分級分解能が相対半値全幅FWHMの逆数に比例するものととし、第(3)式を活用することで、シースガスの分子径σ、粘性率μの他にも、シースガス流量Q、分級動作圧力P、分級動作温度Tなどの分級動※

*が軌跡を決定している。これらのパラメータを適切に設定することにより、特定の粒径の微粒子を分級済エアロゾル取出口10から抽出することができる。すなわち分級を行うことが可能となる。通常は、横方向搬送速度と幾何学形状の設定により、分級後粒径の中心値を決定しておき、最後に静電界強度（ソフト的なパラメータとして）を調整することで、ある範囲では任意の分級後粒径を選ぶことができる。

【0038】現実には、この際分級精度が、有限のスリット幅、シースガス中におけるナノ微粒子のブラウン拡散の影響により、分級後も有限の粒径分布幅を持つことになる。本実施の形態では、分級領域幾何学形状として、L: 20mm, R₁: 25mm, R₂: 35mm、シースガスとして、Arガスを20 l/min、印加電圧を1-200Vの範囲で可変とし、-1価に荷電したSiナノ微粒子を対象とすることで、粒径中心値を5-10nmの範囲で任意に決定でき、分級後の粒径分布幾何標準偏差が1.2を実現している。

【0039】ここで、シースガスとしてArガスを用いるのは、Heの1.68倍の分子径σ、同じく1.13倍の粘性率μを持つため、同じ流量でも分級の分解能を向上させることができるからである。しかも、希ガスの中では最も安価である。2重円筒微分形DMA分級装置においては、シースガスの分子径σ及び粘性率μを大きく設定することにより、分級分解能を極めて有効に向上させることができる。これは、2重円筒微分形DMA微粒子分級装置の分級領域におけるエアロゾル（微粒子と媒質ガス：キャリアガスとシースガス）の挙動を、気体分子運動論に基づくブラウン拡散現象として解析することにより得られた、分級後における粒径分布の相対半値全幅FWHMの2乗を表現する次の第(3)式の関係式で説明することができる。

【数3】

※作パラメータの、分級分解能への依存性を導くことができる。この結果を（表2）にまとめておく。kはボルツマン定数である。

【表2】

シースガス流量 Q	Q^{ω}
動作圧力 p	p^{ω}
シースガス分子径 σ	σ
微粒子の粒径 d_p	d_p
動作温度 T	T^{-1}

【0041】本実施の形態では、Siナノ微粒子生成時に必要な軽いHeガスとは別に、シースガスとしては重いArガスを用いているのは、分子径 σ を大きくすることによって、分級分解能を向上させる意図がある。また、シースガス流量 Q もできるだけ大きく設定して分級分解能向上に寄与させている。分級動作圧力 p は、Siナノ微粒子生成時のHeガス圧力が低いため(10.0 Torr)むやみには高くできない。すなわち、エアロゾル取込部5の機構に制限される。さらに、動作温度であるが、これを低く設定することが分級分解能向上に有効ではあるが、現実的に装置全体を冷却することには大きなコストがかかるので、室温動作としている。最後に、対象微粒子の粒径 d_p であるが、これが小さくなるにつれて分級分解能が低下する傾向にある。数nm、特に5nm以下のナノ微粒子を対象とするDMA分級装置の設計には細心の注意が必要とされる。

【0042】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、エアロゾル発生領域からこれを分級装置へ差圧を利用して導入する方式のDMA型分級装置において、総圧としては同等かあるいは低いエアロゾル発生領域から、総圧としては同等かあるいは高い値をもつ分級装置内部に、エアロゾルを導入・分級することが可能となる。ここで、分級装置側に構成されたエアロゾル取り込み部が、特定のキャリアガスが流れる配管構造をしており、かつ前後の配管の径よりも細く設定したことで、分級装置側エアロゾル取り込み部の静圧をより効果的に下げることが可能としている。

【0043】また、エアロゾル発生領域における媒質ガス種と異なった種類の媒質ガス、特にエアロゾル発生領域における媒質ガス種より質量の大きい媒質ガスが、分級装置内部のキャリアガスもしくはシースガスとして導入される構成をとったことでさらに効果的に分級装置のエアロゾル取り込み部の静圧を下げることとなり、ひいてはより効率的にエアロゾルを分級装置に取り込むことができる。同時に、DMA型分級装置内における媒質ガス(キャリアガスもしくはシースガス)の質量が大きいために、分級領域での対象超微粒子のブラウン拡散による*

10*空間的散逸を抑制するので、結果として分級精度を上げることが可能としている。

【図面の簡単な説明】

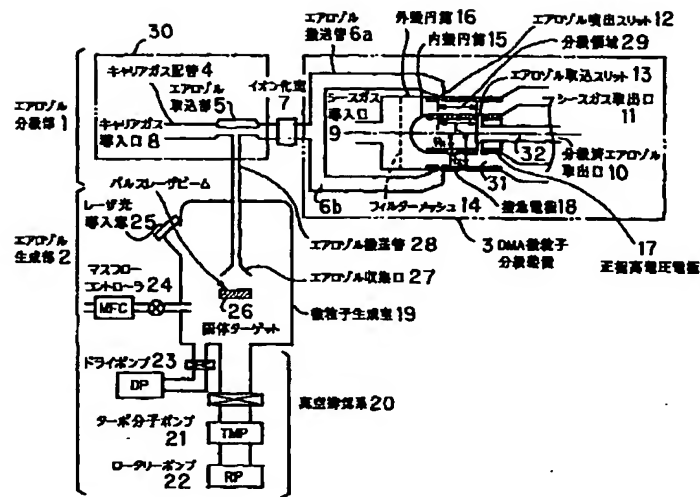
【図1】本発明の実施の形態における微粒子分級装置の断面模式図

【図2】本発明の実施の形態におけるエアロゾル取込部周辺の拡大図

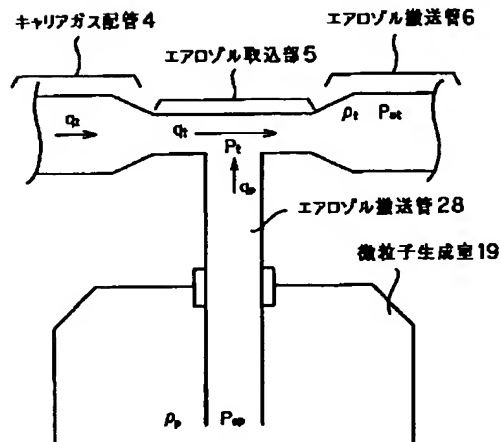
【符号の説明】

- 1 エアロゾル分級部
- 2 エアロゾル生成部
- 20 3 DMA微粒子分級装置
- 4 キャリアガス配管
- 5 エアロゾル取込部
- 6 エアロゾル搬送管
- 7 イオン化室
- 8 キャリアガス導入口
- 9 シースガス導入口
- 10 分級済エアロゾル取出口
- 11 シースガス取出口
- 12 エアロゾル噴出スリット
- 30 13 エアロゾル取込スリット
- 14 フィルターメッシュ
- 15 内殻円筒
- 16 外殻円筒
- 17 正極高電圧電極
- 18 接地電極
- 19 微粒子生成室
- 20 真空排気系
- 21 ターボ分子ポンプ
- 22 ロータリーポンプ
- 40 23 ドライポンプ
- 24 マスフローコントローラ
- 25 レーザ光導入窓
- 26 固体ターゲット
- 27 エアロゾル取集口
- 28 エアロゾル搬送管
- 29 分級領域
- 30 エアロゾル取込み装置

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 信 靖
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1
号 松下技研株式会社内

(72)発明者 山 田 由 佳
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1
号 松下技研株式会社内